

MAPON-Untersuchungen am System $^{82}\text{BrFe}$

Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

vorgelegt von

Christian Tramm

aus

Kiel

Bonn, Juni 2004

Angefertigt mit der Genehmigung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

1. Referent: Prof. Dr. Peter Herzog
2. Referent: Prof. Dr. Karl Maier

Tag der Promotion: 7. Juli 2004

Meiner Familie!

Claudia
&
Annika

„Es gibt wichtigeres im Leben, als beständig dessen Geschwindigkeit zu erhöhen.“

Mahatma Gandhi (1869-1948)

Zusammenfassung

Mit Hilfe der Tieftemperaturkernorientierung LTNO (**L**ow **T**emperature **N**uclear **O**rientation) haben frühere Messungen der Hyperfeinwechselwirkung im System $^{82}\text{BrFe}$ (hergestellt durch Ionenimplantation von Br in Fe) gezeigt, dass die NMR/ON-Resonanzspektren (**N**uclear **M**agnetic **R**esonance on **O**riented **N**uclei) für warm (Raumtemperatur) und kalt ($T < 0,2\text{ K}$) implantierte Proben drastische Unterschiede aufweisen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde dieses System $^{82}\text{BrFe}$ mit der neuen LTNO-Messtechnik MAPON (**M**odulated **A**diabatic **P**assage of **O**riented **N**uclei) untersucht und die Frage, inwieweit elektrische Quadrupolwechselwirkung für die Unterschiede der Resonanzkurven bei warm und kalt implantierten Proben verantwortlich ist, zumindest teilweise geklärt. Dazu wurden an der Kernorientierungsanlage FOLBIS Br-Ionen in Fe-Einkristalle implantiert und die Hyperfeinwechselwirkung jeweils mit einer der drei prinzipiellen Kristallrichtungen [100], [110] und [111] im kubisch-raumzentrierten α -Fe als Quantisierungsachse untersucht. Die ermittelten Verteilungen des elektrischen Feldgradienten, der, wie diese Arbeit zeigt, hauptsächlich auf Gitterdefekte und nicht auf einen nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls der 3p-Elektronen des Br-Atoms oder Effekte durch Magnetostriktion zurückzuführen ist, erklären einige der NMR/ON-Resonanzbreiten. Dies zeigt eine im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Computersimulation der NMR/ON-Resonanzspektren, der die Ergebnisse der MAPON-Messungen zu Grunde gelegt wurden.

Neben den MAPON- und AFP-Messungen (**A**diabatic **F**ast **P**assage) wurde mit Hilfe der statischen Kernorientierung NO (**N**uclear **O**rientation) und der Methode NMR/ON die in [Däm89] gemessene Abhängigkeit der NMR/ON-Linien und der relativen Stärke der Linienkomponenten der Anteile mit verschiedener NO-Wechselwirkung von der Implantationsdosis für warm und kalt implantierte Proben um eine Größenordnung zu niedrigeren Dosen hin erweitert.

Zum ersten mal wurden Relaxationsdaten von Br in Fe in Abhängigkeit des äußeren Magnetfeldes gemessen. Diese zeigen, ähnlich dem Verlauf der Relaxationsdaten von ^{131}IFe [RHD⁺81], bei niedrigen äußeren Magnetfeldern eine „maximum-ähnliche“ Struktur.

Zusätzlich zu den $^{82}\text{BrFe}$ -Experimenten wurde die Hyperfeinwechselwirkung auch im „reinen“ System $^{59}\text{FeFe}$ untersucht. Neben NO und NMR/ON-Messungen wurden auch AFP- und MAPON-Messungen durchgeführt. Die dabei verwendete Quantisierungsachse war die [110]-Richtung einer Fe-Einkristallfolie [SZHK03]. Die so ermittelte, schmale Verteilung des elektrischen Feldgradienten von $^{59}\text{FeFe}$ kann auf einen nicht vollständig unterdrückten Bahndrehimpuls der 3d-Elektronen der Fe-Atome zurückgeführt werden.

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
1 Theoretische Grundlagen	5
1.1 Hyperfeinwechselwirkung	5
1.2 Statische Kernorientierung (NO)	7
1.3 Spin-Gitter-Relaxation	13
1.4 Magnetische Kernresonanz an orientierten Kernen (NMR/ON)	16
1.5 Fast Passage	20
1.5.1 Adiabatische Inversion	20
1.5.2 Adiabatic Fast Passage (AFP)	23
1.5.3 Modulated Adiabatic fast Passage on Oriented Nuclei (MAPON)	27
2 Kernorientierungsanlage FOLBIS	33
2.1 Hochfrequenzelektronik	37
3 Details zur Datenauswertung	39
3.1 Zählratenbestimmung aus den γ -Spektren	39
3.1.1 Spezielle Normierung der ^{82}Br -Zählraten	41
3.2 Zählratenbestimmung aus den β -Spektren	46
3.3 Demagnetisierungsfelder	48
3.4 NO	50
3.5 Magnetisierungskurven	51
3.6 NMR/ON	51
3.7 Relaxation	52
3.8 AFP	54
3.9 MAPON	55
4 Messungen am System $^{82}\text{BrFe}$	62
4.1 Probenpräparation	63
4.2 NO	68
4.3 Magnetisierungskurven	74
4.4 NMR/ON	77

4.5	Relaxation	88
4.6	AFP	96
4.7	MAPON	99
5	Messungen am System $^{59}\text{FeFe}$	106
5.1	Probenpräparation	107
5.2	NO	108
5.3	NMR/ON	111
5.4	AFP	113
5.5	MAPON	114
6	Diskussion: Der elektrische Feldgradient in $^{82}\text{BrFe}$	118
6.1	Spin-Bahn-Effekt	118
6.2	Magnetostriktion	119
6.3	Gitterdefekte	120
6.3.1	NMR/ON-Simulation	125
6.4	Ausblick	131
A	Fe-Phasendiagramm	133
B	Komplette Zerfallsschemata	134
C	AFP- und MAPON-Sweepbereich	139
D	Umrechnungen	141
	Literaturverzeichnis	143
	Danksagung	151

Abbildungsverzeichnis

0.1	NMR/ON-Resonanz nach Implantation von ^{82}Br in Fe [Her90]	1
1.1	Aufhebung der Energieniveauentartung	6
1.2	Einfluss des Hochfrequenzfeldes \vec{B}_{rf} auf die Magnetisierung \vec{M}	18
1.3	Die auf den Kernspin wirkenden Magnetfelder \vec{B}_{rf} und \vec{B}'	18
1.4	Effektives Magnetfeld \vec{B}_{eff} im Larmorsystem	22
1.5	Inversionsfaktor $\text{Inv}(A_m)$ vs. Adiabatischer Parameter A_m	23
1.6	AFP-Sweep-Frequenzen für $\Theta = 0$ (s. Gl. 1.64) und $I = 3/2$	24
1.7	Besetzungswahrscheinlichkeiten bei einem AFP-Sweep ($I = 5$)	25
1.8	Post-passage-Relaxationen von $\Delta B_2/B_2$ nach einem AFP-Sweep [Bab98]	26
1.9	MAPON-Sweep-Frequenzen für $\Theta = 0$ (s. Gl. 1.64) und $I = 3/2$	28
1.10	Besetzungswahrscheinlichkeiten bei einem MAPON-Sweep ($I = 5$)	30
1.11	Berechnete MAPON-Modell-Spektren für $\Delta B_2/B_2$ [Bab98]	31
2.1	Schematische Darstellung des Kühlfingers des Kryostaten von FOLBIS	34
2.2	Blockdiagramm der NO- und NMR/ON-Elektronik	36
2.3	Blockdiagramm der MAPON-Elektronik	37
2.4	Unterdrückung der MAPON-Seitenbänder	38
3.1	Typisches γ -Spektrum einer $^{82}\text{BrFe}$ -Quelle und eines $^{60}\text{CoCo}$ -Thermometer	40
3.2	Typisches γ -Spektrum einer $^{59}\text{FeFe}$ -Quelle und eines $^{54}\text{MnNi}$ -Thermometer	40
3.3	Überlagerung der 1317 keV-Linie (^{82}Br) mit der 1332 keV-Linie (^{60}Co)	43
3.4	Überlagerung der 828 keV-Linie (^{82}Br -) mit der 826 keV-Linie (^{60}Co)	43
3.5	Normierungsgröße O_{Norm} und das Verhältnis $N_{554\text{ keV}}/N_{619\text{ keV}}$ (^{82}Br)	45
3.6	Typisches β -Spektrum einer $^{59}\text{FeFe}$ -Quelle	47
3.7	Radiographie (Negativ) der bestrahlten Probe vom Experiment #306	48

3.8	Demagnetisierungsfeld der Probe vom Experiment #306	49
3.9	Verteilung von B_{dem} des Implantationsbereichs der Probe vom Exp. #306	49
3.10	Beispiel für ein MAPON-Zeitspektrum	56
3.11	Beispiel für eine MAPON-Zählratendatei	57
3.12	Beispiel für ein MAPON-Spektrum	57
3.13	Überlagerung der beiden Seitenbänder bei einem MAPON-Sweep	60
3.14	AFP-Anteil beim MAPON-Sweep in Abhängigkeit vom Frequenzabstand	60
4.1	Vereinfachtes Zerfallsschema des ^{60}Co -Zerfalls [NND04]	63
4.2	Fe-Einkristalle Nr.1 (\uparrow #1) und Nr. 2 (\uparrow #2) im Maßstab 1 : 1	64
4.3	Fe-Einkristall Nr.16 (\uparrow #16) im Maßstab 1 : 1	64
4.4	Laue-Aufnahme von \uparrow #1 ($[100]'$ -Richtung, Warm-Implantation)	65
4.5	Vereinfachtes Zerfallsschema des ^{82}Br -Zerfalls [NND04]	66
4.6	Strahlflecken der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	68
4.7	NO-Daten des Experiments #306 für $\theta = 180^\circ$ und $\theta = 90^\circ$	70
4.8	Anisotropie von N_{Norm} aus den NO-Messungen des Experiments #306 . .	71
4.9	ν_{NO} und f_{NMR} bzw. f_{NO} versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$	72
4.10	ν_{NO} und f_{NMR} bzw. f_{NO} versus Implantationsdosis	72
4.11	Magnetisierungskurven der Experimente #304, #305 und #306	76
4.12	NMR/ON-Resonanzspektren	79
4.13	NMR-Mittenfrequenzen ν_1 versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$	82
4.14	NMR-Mittenfrequenzen ν_1 versus Implantationsdosis	83
4.15	Relative Linienbreiten der NMR/ON-Komponenten vs. Implantationsdosis	84
4.16	Relative Resonanzsignale versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$	86
4.17	NMR/ON-Resonanzspektren für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert	87
4.18	Relaxationsverhalten für zwei externe Magnetfelder („Multiexponentialfit“)	89
4.19	Relaxationsverhalten für zwei externe Magnetfelder („Singleexponentialfit“)	89
4.20	Korringkonstante C_K versus Magnetfeld ($[100]'$, $[110]$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$) .	91
4.21	Relaxationsrate r versus Magnetfeld ($[100]'$, $[110]$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$) . . .	92
4.22	T_1 , T_1' und τ_{SLR} vs. Magnetfeld ($[100]'$, $[110]$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$)	94
4.23	Sättigung der resonierten NMR-Kerne	95
4.24	AFP-Spektrum der 619 keV-Linie (Exp. #305, $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert)	97
4.25	$A_{\Delta\nu_Q>0}$ versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$	98
4.26	MAPON-Spektren, warm und kalt impl. - je $[100]'$, $[110]$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$	101

4.27	MAPON-Halbwertsbreiten Γ_{Q_i} versus Implantationsdosis	104
4.28	MAPON-Halbwertsbreiten Γ_{Q_i} versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$	104
5.1	Vereinfachtes Zerfallsschema des ^{59}Fe -Zerfalls [NND04]	106
5.2	Zerfallsschema des ^{54}Mn -Zerfalls [NND04]	107
5.3	NO-Daten der $^{59}\text{Fe}/\text{Fe}$ -Messungen	109
5.4	NMR/ON- β -Resonanz des Systems $^{59}\text{Fe}/\text{Fe}$	112
5.5	AFP- β -Spektrum des Systems $^{59}\text{Fe}/\text{Fe}$	114
5.6	MAPON-Spektrum des Systems $^{59}\text{Fe}/\text{Fe}$	115
5.7	EFG der 3d-Elemente Mn, Fe und Co in Fe	116
6.1	MAPON-Simulationsspektren, warm und kalt impl. - je $[100]'$, $[110]$ und $[111]$ $\parallel B_{\text{ext}}$	124
6.2	NMR/ON-Simulation für $[100]'$ $\parallel B_{\text{ext}}$	128
6.3	NMR/ON-Simulation für $[110]$ $\parallel B_{\text{ext}}$	129
6.4	NMR/ON-Simulation für $[111]$ $\parallel B_{\text{ext}}$	130
A.1	Fe-Phasendiagramm aus [Ste86, S. 25]	133
B.1	Zerfallsschema des ^{82}Br -Zerfalls [NND04]	134
B.2	Zerfallsschema des ^{59}Fe -Zerfalls [NND04]	135
B.3	Zerfallsschema des ^{60}Co -Zerfalls [NND04]	135
B.4	Zerfallsschema des $^{198\text{m}}\text{Au}$ -Zerfalls [NND04]	136
B.5	Zerfallsschema des ^{198}Au -Zerfalls [NND04]	136
B.6	Zerfallsschema des ^{198}Au -Zerfalls [NND04]	137
B.7	Zerfallsschema des ^{198}Au -Zerfalls [NND04]	138
C.1	AFP- und MAPON-Sweepbereiche der $^{82}\text{Br}/\text{Fe}$ -Experimente	140

Tabellenverzeichnis

3.1	Zerfallsparameter der stärksten γ -Linien aus dem ^{82}Br -Zerfall	42
3.2	Fitparameter der NO-Theriefunktion (Zweifrequenzmodell)	51
3.3	Fitparameter der NMR/ON-Theriefunktion	53
3.4	Fitparameter der Relaxation-Theriefunktion	54
3.5	Fitparameter der AFP-Theriefunktion	55
3.6	Fitparameter der MAPON-Theriefunktion	61
4.1	Implantierte Dosen und Demagnetisierungsfelder der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	67
4.2	NO-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	73
4.3	Einstellungen der NMR/ON-Experimente	78
4.4	NMR/ON-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente (1 Gaußkurve)	80
4.5	NMR/ON-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente (2 Gaußkurven)	81
4.6	Einstellungen der AFP-Experimente	96
4.7	AFP-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	99
4.8	Einstellungen der MAPON-Experimente	100
4.9	MAPON-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	102
4.10	MAPON-Ergebnisse $^{82}\text{BrFe}$ – Warm: Zwei „Quadrupolverteilungen“ . . .	103
4.11	Halbwertsbreiten der EFG-Verteilungen von $^{82}\text{BrFe}$	105
6.1	$ \Delta\nu_Q $ für $^{82}\text{BrFe}$ bei verschiedenen Abständen Leerstelle – Sondenkern . . .	122
6.2	Anteile mit $\Delta\nu_Q > 0$ der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	123
6.3	NMR/ON-Simulationsdaten der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente	127
6.4	Zusammenfassung der MAPON-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente . . .	131

Einleitung

In vielen Bereichen der Physik werden die zu untersuchenden Systeme durch Implantation von radioaktiven oder stabilen Isotopen in eine Wirtsmatrix hergestellt (z. B. Dotierung von Halbleitern, Kernspektroskopie, Hyperfeinwechselwirkungsuntersuchungen). Daher ist die Kenntnis der durch die Implantation verursachten Schäden im Wirtsmaterial, die jegliche Messung stören oder verfälschen können, von grundlegendem Interesse.

Dadurch motiviert, wurden an der Kernorientierungsanlage FOLBIS (siehe Kapitel 2) eine Reihe von Experimenten durchgeführt um die Defektsituation im Wirtsmaterial in Abhängigkeit von den Implantationsparametern zu studieren [Her90]. Dabei wurde die Hyperfeinwechselwirkung mit Hilfe der Tieftemperaturkernorientierung LTNO (Low Temperature Nuclear Orientation) in Abhängigkeit von Implantationsparametern wie Implantationstemperatur, Implantationsdosis und Lösungsenthalpie des Systems, bestehend aus Sondenkern und Eisen als Wirtsmatrix, untersucht. Magnetische Kernresonanz-Messungen von DÄMMRICH *et al.* am System $^{82}\text{BrFe}$ [Däm89, Her90] haben gezeigt, dass die NMR/ON-Resonanzspektren (Nuclear Magnetic Resonance on Oriented Nuclei) für kalt und warm implantierte Proben drastische Unterschiede aufweisen (siehe Abbildung 0.1). So ist die NMR/ON-Resonanz nach Implantation bei Raumtemperatur (RT) mit einer Reso-

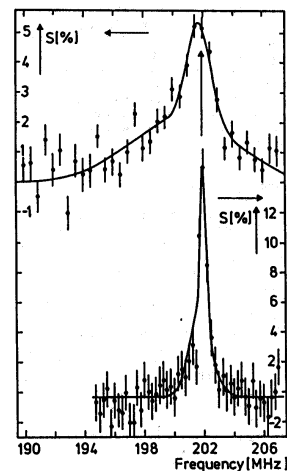


Abbildung 0.1: NMR/ON-Resonanz nach Implantation von ^{82}Br in Fe [Her90]. Der obere Teil zeigt die Resonanz nach Kalt-Implantation ($T < 0,2\text{ K}$), der untere nach Implantation bei Raumtemperatur.

nanzbreite (Halbwertsbreite) von ca. 0,2% ungewöhnlich schmal, während die Resonanz nach Kalt-Implantation ($T < 0,2\text{ K}$) eine typische Breite von ungefähr 1% aufweist. Beide Resonanzen zeigen eine Untergrundkomponente, wobei die der Kalt-Implantation sehr deutlich und extrem breit ist und die der RT-Implantation nicht immer detektierbar war.

Ziel dieser Arbeit ist das Aufspüren von möglicherweise vorhandener elektrischer Quadrupolwechselwirkung im System $^{82}\text{BrFe}$, die der magnetischen überlagert ist. Die Idee dabei ist, dass mögliche Quadrupolaufspaltungen die Form der NMR/ON-Resonanzen merklich beeinflussen und mit ihnen möglicherweise der drastische Unterschied zwischen warm (RT) und kalt ($T < 0,2\text{ K}$) implantierten Proben erklärt werden kann. Zur genaueren Untersuchung des Systems $^{82}\text{BrFe}$ wurden Experimente mit warm und kalt implantierten Proben an Fe-Einkristallen (im Gegensatz zu den in [Däm89] verwendeten polykristallinen Folien) durchgeführt. Um eine mögliche Richtungsabhängigkeit der Hyperfeinwechselwirkung, insbesondere der Quadrupolaufspaltung nachweisen zu können, wurden für beide Implantationstemperaturen mehrere Experimente durchgeführt, bei denen jeweils eine der drei prinzipiellen Kristallrichtungen des kubisch-raumzentrierten Fe-Kristallgitter parallel zum externen Magnetfeld B_{ext} ausgerichtet wurde ($[100] \parallel B_{\text{ext}}$, $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$). Dazu wurden eine Reihe verschiedener Messtechniken der LTNO benötigt.

Das integrale Messverfahren der statischen Kernorientierung NO (**N**uclear **O**rientation) ist grundlegend für die anderen Messtechniken und nutzt aus, dass jedes Kernsubniveau $|I, m\rangle$ mit einem Kernspin $|I| > 0$ eines radioaktiven Isotops i. A. eine anisotrope Richtungsverteilung der emittierten Strahlung besitzt. Bei Raumtemperatur sind alle Zustände nahezu gleich besetzt und die Richtungsverteilung ihrer Emission summieren sich zu einer kugelsymmetrischen Verteilung auf. Bei sehr tiefen Temperaturen werden die Subniveaus nach BOLTZMANN merklich ungleich besetzt, wodurch über die emittierte, nun auch in der Summe anisotrope Strahlung die Hyperfeinwechselwirkung der Messung zugänglich wird. Die Hyperfeinwechselwirkung legt die Energieabstände der einzelnen Subniveaus fest und bestimmt neben der Temperatur die Boltzmannverteilung und somit die Ungleichbesetzung der Kernsubniveaus.

Mit dem Hochpräzisionsverfahren NMR/ON kann die Verteilung der Hyperfeinwechselwirkung (genauer gesagt, die Verteilung der Energieabstände der Kernsubniveaus) frequenz aufgelöst gemessen werden. Eine der magnetischen Aufspaltung überlagerte elek-

trische kann nur dann aufgelöst werden, wenn der Frequenzabstand (und damit Energieabstand) der einzelnen Subresonanzen von ähnlicher Größe (oder größer) als die inhomogene Linienbreite der magnetischen Resonanz ist. Kleinere elektrische Wechselwirkungen können mit dem üblichen „continuous wave“ Messverfahren nicht bestimmt werden. Eine Ausnahme bildet das 1982 von HAGN entwickelte Verfahren DRD (Differential Resonance Displacement) [Hag82].

Mit dem 1987 von CALLAGHAN *et al.* entwickelten Verfahren MAPON (**M**odulated **A**diabatic **P**assage of **O**riented **N**uclei) [CBC88] können Quadrupolaufspaltungen, die kleiner als die inhomogene Linienbreite der magnetischen Aufspaltung sind, bestimmt werden. Das Verfahren wurde aus der Messtechnik AFP (**A**diabatic **F**ast **P**assage) entwickelt, mit der nur das Vorzeichen der Quadrupolaufspaltungsverteilung, aber nicht deren Größe oder Form bestimmt werden kann. Mit der Messtechnik MAPON hingegen kann nicht nur die Größe der Quadrupolaufspaltung gemessen, sondern auch die Verteilung frequenz aufgelöst ermittelt werden.

Im ersten Kapitel dieser Arbeit werden die theoretischen Grundlagen der verschiedenen Messverfahren dargestellt. Dabei ist die Darstellung auf die zum Verständnis notwendigen Details konzentriert. Auf weiterführende Literatur wird an den entsprechenden Stellen verwiesen.

Die Kernorientierungsanlage FOLBIS, an der sämtliche Messungen durchgeführt wurden, wird in Kapitel 2 beschrieben, wobei auch auf die verwendete Hochfrequenzelektronik eingegangen wird.

In Kapitel 3 werden die Details der Datenauswertung erläutert, wobei insbesondere die spezielle Art der Zählratenbestimmung der γ -Zählraten bei den $^{82}\text{Br}\underline{\text{Fe}}$ -Experimenten ausführlich dargestellt wird.

Die Messungen der $^{82}\text{Br}\underline{\text{Fe}}$ -Experimente werden in Kapitel 4 vorgestellt. Dabei werden die Ergebnisse der einzelnen Messtechniken aufgeführt. Zusätzlich wurden für die kalt implantierten Proben Magnetisierungskurven der Fe-Einkristalle für die drei prinzipiellen Kristallrichtungen gemessen.

Neben den $^{82}\text{Br}\underline{\text{Fe}}$ -Experimenten wurden auch Messungen am „reinen“ System $^{59}\text{Fe}\underline{\text{Fe}}$ durchgeführt, um Vergleichswerte des ungestörten Fe-Kristallgitters zu erhalten. Im Gegensatz zu den $^{82}\text{Br}\underline{\text{Fe}}$ -Experimenten wurde hierbei nicht die Anisotropie einer γ -Strahlung, sondern die der emittierten β -Strahlung des ^{59}Fe -Zerfalls (siehe Abbildung

B.2) bestimmt. Diese Messungen sind in Kapitel 5 aufgeführt.

Anschließend werden die Ergebnisse bezüglich der Quadrupolaufspaltung in Kapitel 6 diskutiert und eine NMR/ON-Simulationsrechnung vorgestellt, der die MAPON-Ergebnisse zu Grunde gelegt werden.

Im Anhang sind neben aufgetretenen Problemen bezüglich des MAPON-Sweepbereichs Zahlenwerte zur Umrechnungen vom magnetische Hyperfeinfeld und dem elektrischen Feldgradienten in die entsprechenden Frequenzen aufgeführt. Des Weiteren sind die kompletten Zerfallsschemata der in den Messungen auftretenden radioaktiven Isotope dargestellt.

Die zu den Berechnungen verwendeten Zahlenwerte der verschiedenen physikalischen Konstanten sind alle aus [Hag02] entnommen.

1 Theoretische Grundlagen

Die Theorie der Kernorientierung und deren Messmethoden bei tiefen Temperaturen werden in der Literatur detailliert behandelt (z. B. [SP86]). In diesem Kapitel wird daher nur ein Überblick gegeben und auf die entsprechende Literatur verwiesen.

1.1 Hyperfeinwechselwirkung

Die zugängliche physikalische Größe ist bei allen im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen die Hyperfeinwechselwirkung — sie kann magnetischer oder elektrischer Natur sein. Die magnetische Hyperfeinwechselwirkung ist die Kopplung zwischen dem magnetischen Moment $\vec{\mu}$ des Sondenkernes und dem am Kernort vorherrschenden magnetischen Hyperfeinfeld \vec{B}_{hf} . Entsprechend ist die elektrische Kopplung die zwischen dem spektroskopischen Quadrupolmoment Q des Sondenkernes und dem elektrischen Feldgradienten (EFG) V . Bei einer axialsymmetrischen Wechselwirkung genügt die z -Komponente V_{zz} des EFG (der ein Tensor ist) entlang der Symmetrieachse zur Beschreibung. Im Weiteren wird immer von diesem Fall ausgegangen.

Die Ursache für das magnetische Hyperfeinfeld bzw. für den EFG ist (neben „makroskopischen“ Feldern) der Magnetismus der Hüllenelektronen bzw. die nicht mindestens kubisch symmetrische Ladungsverteilung um den Kern herum. Für den Hamiltonoperator \mathcal{H} der Wechselwirkung zwischen solch einem Feld und dem entsprechenden Moment gilt [Sli92, S. 2, 488 und 497]

$$\mathcal{H} = -\vec{\mu}\vec{B}_{\text{hf}} + \frac{1}{6} \sum_{ij} V_{ij} \mathcal{Q}_{ij}, \quad (1.1)$$

wobei \mathcal{Q}_{ij} der Quadrupolmoments-Operator [Sli92, S. 488] ist. Für das magnetische Moment gilt $\vec{\mu} = g\mu_{\text{K}}\vec{I}$, wobei g der g -Faktor, μ_{K} das Kernmagneton und \vec{I} der Kern-

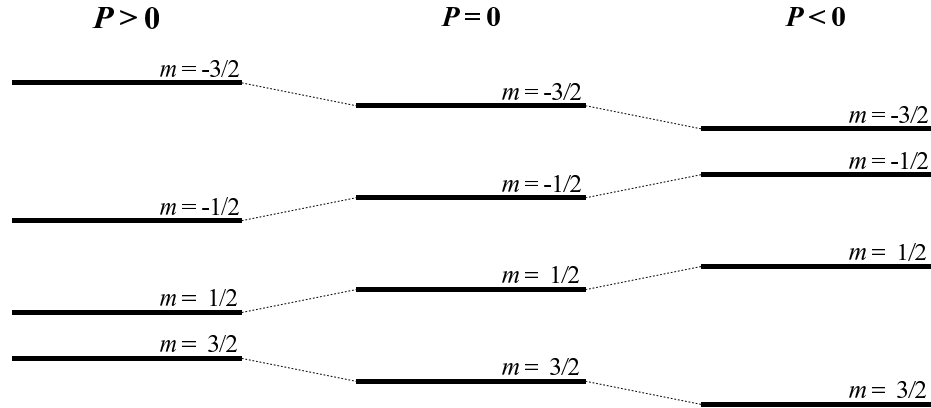


Abbildung 1.1: Aufhebung der Entartung der Energieniveaus, gezeigt für einen Kernspin $I = 3/2$ und einem positiven g -Faktor ($g > 0$) bei rein magnetischer ($P = 0$) bzw. gemischter Kopplung ($P \neq 0$).

spin ist. Eine solche Wechselwirkung hebt die Entartung der Energie bezüglich der m -Quantenzahl auf. Ist die elektrische Wechselwirkung klein gegenüber der magnetischen (da dies in den hier betrachteten Systemen der Fall ist, wird nur dieser Fall behandelt) und ist die z -Achse durch die Richtung vom magnetischen Hyperfeinfeld \vec{B}_{hf} ausgezeichnet (m ist die z -Komponente des Kernspins), liegen die Energieniveaus des Sondenkernes bei

$$E_m = -mg\mu_{\text{K}}B_{\text{hf}} + P \left(m^2 - \frac{I(I+1)}{3} \right), \quad (1.2)$$

mit

$$P = \frac{3eQ}{4I(2I-1)} \left({}^{\text{k}}V_{\text{zz}} + {}^{\text{G}}V_{\text{zz}}P_2(\cos \Theta) \right). \quad (1.3)$$

Dabei ist e die Elementarladung und ${}^{\text{k}}V_{\text{zz}}$ der kollineare Anteil des EFG's. Dieser kann z. B. durch einen nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls der Valenzelektronen des Sondenkernes entstehen [Sto86, S. 674] oder durch magnetostruktive Effekte¹ verursacht werden [Sto86, S. 654]. Der Gitteranteil ${}^{\text{G}}V_{\text{zz}}$ des EFG's wird durch Gitterdefekte oder durch eine nichtkubische Kristallsymmetrie hervorgerufen. Dieser Anteil muss noch mit dem zweiten Legendre-Polynom $P_2(\cos \Theta)$ gewichtet werden, wobei Θ der Winkel zwischen der Hauptachse des EFG's und der ausgezeichneten Richtung ist. Bei den in dieser Arbeit vorgestellten Experimenten ist dies immer die Richtung des externen Magnetfeldes. In Abbildung 1.1 sind die Energieniveaus bei rein magnetischer ($P = 0$)

¹Die durch magnetostruktive Effekte verursachten EFG können auch nichtkollinear sein.

und bei gemischter ($P \neq 0$) Wechselwirkung beispielhaft für einen Kernspin $I = 3/2$ und einen positiven g -Faktor skizziert. Bei rein magnetischer Aufspaltung sind die Energieniveaus äquidistant. Für eine gemischte Wechselwirkung sind die Energieabstände gegenüber dem Fall der rein magnetischen Aufspaltung gestreckt bzw. gestaucht; es gibt $2I$ verschiedene Energieabstände. Für diese gilt

$$\Delta E_{m \leftrightarrow m+1} = E_m - E_{m+1} = g\mu_K B_{\text{hf}} - (2m + 1) P. \quad (1.4)$$

Letztendlich können mit Hilfe der verschiedenen Messtechniken der LTNO genau diese Energiedifferenzen bestimmt werden. Die folgenden Abschnitte erläutern die theoretischen Grundlagen der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Messtechniken.

1.2 Statische Kernorientierung (NO)

Die Theorie der statischen Kernorientierung, im Weiteren nur NO genannt², wird in [Kra86] umfassend behandelt. Die NO ist eine integrale Messmethode, mit der die mittlere Wechselwirkung eines Systems bestimmt werden kann. Dazu wird die Anisotropie der Zerfallsstrahlung in Abhängigkeit von der Temperatur ermittelt.

Die Besetzungswahrscheinlichkeiten der Zustände $|I, m\rangle$ sind nach BOLTZMANN gegeben durch

$$p_m(T) = \frac{e^{-\frac{E_m}{k_B T}}}{\sum_{m=-I}^I e^{-\frac{E_m}{k_B T}}}, \quad (1.5)$$

wobei k_B die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur ist. Durch die ungleichen Besetzungswahrscheinlichkeiten der magnetischen Unterniveaus (verursacht durch eine endliche Temperatur) ergibt sich im Allgemeinen eine räumlich anisotrope Zerfallsstrahlung. Experimentell zugänglich wird diese Anisotropie jedoch erst, wenn die Temperatur die Größenordnung der Wechselwirkungstemperatur (im rein magnetischen Fall, der hier der Einfachheit wegen immer als Beispiel herangezogen wird)

$$T_{\text{int}} = \left| \frac{g\mu_K B_{\text{hf}}}{k_B} \right| \quad (1.6)$$

²Abkürzung für Nuclear Orientation

erreicht. Diese liegt für das System $^{82}\text{Br}\underline{\text{Fe}}$ bei ca. 9,62 mK, für $^{59}\text{Fe}\underline{\text{Fe}}$ bei ungefähr 2,77 mK.

Beim γ -Zerfall liegt ab einer Temperatur oberhalb von $T \gtrsim 15 \cdot T_{\text{int}}$ praktisch eine isotrope Zerfallsstrahlung vor, während beim β -Zerfall die Temperatur deutlich höher liegen muss, um eine isotrope Strahlung zu erhalten.

Die Richtungsverteilung $W(\theta)$ der emittierten Zerfallsstrahlung (θ ist der Winkel zwischen der Beobachtungsrichtung und der Quantisierungsachse) kann nach Legendre-Polynomen $P_k(\cos\theta)$ entwickelt werden [Kra86]:

$$W(\theta, T) = 1 + \sum_{k \geq 1}^{k_{\text{max}}} Q_k B_k U_k A_k P_k(\cos\theta). \quad (1.7)$$

Sofern nicht zirkular polarisierte γ -Strahlung beobachtet wird, tragen auf Grund ihrer paritätserhaltenden Eigenschaft nur Terme mit geradem k bei. Die Spins der beteiligten Niveaus und die Multipolaritäten der Übergänge legen dabei k_{max} auf

$$k_{\text{max}} = 2 \cdot \text{Minimum}(I_0, I_i, I_{\text{Bev}}, L_{\text{max}}) \quad (1.8)$$

fest. Dabei ist I_0 der Kernspin des orientierten Niveaus, I_i der des Ausgangsniveaus der γ -Strahlung, $I_{\text{Bev}} = \text{Maximum}(^1I_{\text{min}}, ^2I_{\text{min}}, \dots, ^nI_{\text{min}})$ das Maximum der für die verschiedenen Bevölkerungskanäle $1, 2, \dots, n$ jeweils kleinst auftretenden Spins $^{\text{Kanal}}I_{\text{min}}$ und L_{max} die größte beteiligte Multipolarität der γ -Strahlung.

Wird hingegen die Richtungsverteilung eines β -Zerfall beobachtet, treten auch Terme mit ungeradem k auf. Im Falle eines erlaubten β -Zerfalls trägt nur der Term mit $k = 1$ zur Richtungsverteilung $W(\theta)$ bei.

Die **Öffnungswinkelkorrekturkoeffizienten** Q_k berücksichtigen, dass eine über den endlichen Öffnungswinkel der Detektoren gemittelte Richtungsverteilungsfunktion gemessen wird ($Q_k \leq 1$). Das heißt, bei größeren Öffnungswinkeln wird der Betrag der Anisotropie kleiner. Die Öffnungswinkel werden über Simulationsrechnungen, in die die Proben- und Detektorgeometrie sowie die Detektoreffizienz für die nachgewiesene Strahlung eingehen, bestimmt.

Die B_k sind die so genannten **Orientierungsparameter**, für die gilt

$$B_k(T) = \sqrt{(2k+1)(2I_0+1)} \sum_{m=-I_0}^{I_0} (-1)^{I_0+m} \begin{pmatrix} I_0 & I_0 & k \\ -m & m & 0 \end{pmatrix} p_m(T). \quad (1.9)$$

Dabei sind die Besetzungswahrscheinlichkeiten der Kernunterniveaus $p_m(T)$ durch Gleichung 1.5 gegeben. Das Wigner-3j-Symbol $\begin{pmatrix} I_0 & I_0 & k \\ -m & m & 0 \end{pmatrix}$ verschwindet für $k \geq 2I_0$.

Beim γ -Zerfall wird im Allgemeinen der γ -Übergang von einem angeregten und meist kurzlebigen Zustand (I_i) des Tochternuklids beobachtet, kein direkter Übergang vom orientierten Zustand (I_0) des Mutternuklids. Die **Umorientierungskoeffizienten** U_k berücksichtigen die Umorientierung des Ausgangszustandes (I_i) des beobachteten Übergangs im Vergleich zum orientierten Niveau (I_0). Für einen beobachteten β -Zerfall gilt $U_k = 1$, denn die β -Teilchen werden direkt vom orientierten Mutternuklid emittiert. Allgemein gilt für eine emittierte Strahlung mit der Multipolarität L beim Zerfall vom Mutternuklid zum Tochternuklid

$$U_k(I_0, I_i, L) = (-1)^{I_0+I_i+L+k} \sqrt{(2I_0+1)(2I_i+1)} \begin{Bmatrix} I_0 & I_0 & k \\ I_i & I_i & L \end{Bmatrix}, \quad (1.10)$$

wobei das Wigner-6j-Symbol $\begin{Bmatrix} I_0 & I_0 & k \\ I_i & I_i & L \end{Bmatrix}$ für $k \geq 2 \cdot \text{Minimum}(I_0, I_i)$ verschwindet.

Für gemischte Übergänge mit den Multipolaritäten L und L' gilt

$$U_k(I_0, I_i, L, L') = \frac{U_k(I_0, I_i, L) + \delta_U^2 U_k(I_0, I_i, L')}{1 + \delta_U^2}, \quad (1.11)$$

wobei der Mischungsparameter

$$\delta_U = \frac{\langle I_i \| L' \| I_0 \rangle}{\langle I_i \| L \| I_0 \rangle} \quad (1.12)$$

das Verhältnis der reduzierten Übergangsmatrixelemente angibt. Bei mehreren aufeinanderfolgenden Übergängen multiplizieren sich die entsprechenden Umorientierungskoeffizienten.

Für einen beobachteten γ -Zerfall hängen die **Richtungskorrelationskoeffizienten** A_k

von den Spins des Ausgangsniveaus I_i , des Endniveaus I_f und der Multipolarität L des γ -Übergangs ab. Bei einem gemischten Übergang der Strahlung σ und σ' (elektrische oder magnetische Multipolstrahlung) mit den Multipolaritäten L und $L' = L + 1$ wird der Mischungsparameter durch

$$\delta = \frac{\langle I_f \| \sigma' (L + 1) \| I_i \rangle}{\langle I_f \| \sigma L \| I_i \rangle} \quad (1.13)$$

definiert. Für die Richtungskorrelationskoeffizienten gilt dann

$$A_k(L, L', I_f, I_i) = \frac{F_k(L, L, I_f, I_i) + 2\delta F_k(L, L', I_f, I_i) + \delta^2 F_k(L', L', I_f, I_i)}{1 + \delta^2}. \quad (1.14)$$

Die Übergangswahrscheinlichkeiten für magnetische Strahlung (M) sind in der Regel um einige Zehnerpotenzen kleiner als für elektrische Strahlung (E) der gleichen Multipolordnung. Des Weiteren nimmt die Übergangswahrscheinlichkeit der nächsthöheren Multipolordnung um den Faktor $(\text{Kernradius}/\text{Wellenlänge})^2$ ab. Daher treten in den meisten Fällen nur die ein oder zwei niedrigst möglichen Multipolordnungen auf. Hat die magnetische Multipolstrahlung die nächsthöhere Multipolordnung gegenüber der elektrischen, so sind die Beimischungen in der Regel viel kleiner als im umgekehrten Fall [MK94].

F_k bezeichnet dabei die Ferentz-Rosenzweig-Koeffizienten, definiert durch

$$F_k(L, L', I_f, I_i) = (-1)^{I_f + I_i + 1} \sqrt{(2k + 1)(2L + 1)(2L' + 1)(2I_i + 1)} \cdot \begin{pmatrix} L & L' & k \\ 1 & -1 & 0 \end{pmatrix} \left\{ \begin{matrix} L & L' & k \\ I_i & I_i & I_f \end{matrix} \right\}. \quad (1.15)$$

Aus den Eigenschaften der Wigner-3j-Symbole und Wigner-6j-Symbole folgt, dass die Richtungskorrelationskoeffizienten für $k > 2 \cdot \text{Minimum}(I_i, \text{Maximum}(L, L'))$ verschwinden.

Um für den β -Zerfall den gleichen Formalismus wie für den γ -Zerfall anwenden zu können, werden so genannte Teilchenparameter eingeführt, mit deren Hilfe man die Richtungskorrelationskoeffizienten berechnen kann. Da im Rahmen dieser Arbeit neben γ -Strahlung nur ein erlaubter β -Zerfall mit $I_i = I_f = 3/2$ und keiner Paritätsänderung behandelt wird (^{59}Fe), soll nur dieser spezielle Fall des β -Zerfalls betrachtet werden. Da die beiden Leptonen bei einem erlaubten β -Zerfall keinen Bahndrehimpuls mit sich

tragen, addieren sich deren Spins zu einem Gesamtspin $J = 0$ (Fermi-Übergang) oder $J = 1$ (Gamow-Teller-Übergang). Für die Richtungskorrelationskoeffizienten gilt

$$A_k(\beta^\pm) = \sum_{J,J'} (-1)^{J+J'+1} b_k(J,J') F_k(J,J',I_f,I_i) \bigg/ \sum_{J,J'} b_0(J,J'). \quad (1.16)$$

Die relevanten Teilchenparameter³ sind

$$b_0(0,0) = \frac{1}{4} M_F^2 \left[|C_V|^2 + |C'_V|^2 \right] \quad (1.17)$$

$$b_0(1,1) = \frac{1}{4} M_{GT}^2 \left[|C_A|^2 + |C'_A|^2 \right] \quad (1.18)$$

$$b_1(0,1) + b_1(1,0) = \frac{1}{6} M_F M_{GT} \operatorname{Re} \left[C_V C_A'^* + C_V' C_A^* \right] \frac{p_\beta}{E_\beta} \quad (1.19)$$

$$b_1(1,1) = \mp \frac{1}{3} M_{GT}^2 \operatorname{Re} \left[C_A^* C_A' \right] \frac{p_\beta}{E_\beta} \quad \text{für } \beta^\pm, \quad (1.20)$$

wobei M_F das Fermi- (vektorielle) und M_{GT} das Gamow-Teller-Matrixelement (axial vektorielle) ist. Weiter ist p_β der Impuls des β -Teilchens und E_β dessen Energie. Die verschiedenen C sind die entsprechenden Kopplungskonstanten, C_V für den vektoriellen und C_A für den axial vektoriellen Anteil. Die „gestrichenen“ Kopplungskonstanten stehen für den jeweils paritätsverletzenden Anteil, die „gesternteten“ für die komplex konjugierte Größe. Die Gleichungen 1.17 – 1.20 basieren auf der Annahme reiner (V-A)-Wechselwirkung⁴ [Van86].

Bei gleichem Anfangs- und Endspin (nicht $0 \rightarrow 0$) kann ein gemischter GT-F-Übergang auftreten. Unter der Voraussetzung maximaler Paritätsverletzung ($C_{V,A} = C'_{V,A}$) und kompletter Zeitumkehrinvarianz ($C_{V,A}^{(\prime)} = C_{V,A}^{(\prime)*}$) gilt für den Richtungskorrelationskoeffizienten

$$\begin{aligned} A_1(\beta^\pm) &= \frac{2}{3} \frac{p_\beta}{E_\beta} \{ \pm F_1(1,1,I_f,I_i) + y_{F-GT} F_1(0,1,I_f,I_i) \} / (1 + y_{F-GT}^2) \\ &= \frac{v_\beta/c}{1 + y_{F-GT}^2} \left\{ \frac{\mp 1}{\sqrt{3I(I+1)}} + \frac{2}{\sqrt{3}} y_{F-GT} \right\}. \end{aligned} \quad (1.21)$$

³Aufgrund der Drehimpulskopplung in den Teilchenparametern $b_k(J,J')$ kann bei einem erlaubten β -Zerfall nur der Term mit $k = 1$ beitragen [Kra86, S. 96,97].

⁴Vektor minus Axial-Vektor Wechselwirkung.

Dabei sind c die Lichtgeschwindigkeit und v_β die Geschwindigkeit des β -Teilchens. Das F-GT-Amplituden-Mischungsverhältnis⁵ ist definiert als

$$y_{\text{F-GT}} = \frac{C_V M_{\text{F}}}{C_A M_{\text{GT}}}. \quad (1.22)$$

Experimentell entspricht der normierten Winkelverteilung $W(\theta)$ das Verhältnis zwischen der Kaltzählrate n_{K} der beobachteten Zerfallsstrahlung, welche gewöhnlich in einem weiten Bereich um $T \approx T_{\text{int}}$ gemessen wird, und der Warmzählrate n_{W} , die im Bereich $T \gg T_{\text{int}}$ gemessen wird. Es gilt also

$$W(\theta, T) = \frac{n_{\text{K}}}{n_{\text{W}}}. \quad (1.23)$$

Üblicherweise wird als Maß für die Orientierung eines Kernensembles die Anisotropie

$$R(\theta, T) = W(\theta, T) - 1 = \frac{n_{\text{K}} - n_{\text{W}}}{n_{\text{W}}} \quad (1.24)$$

verwendet.

Die Sondenkerne erfahren in einer Wirtsmatrix meistens keine einheitliche Orientierung, sondern nehmen unterschiedliche „Plätze“ ein, auf denen sie verschiedenen Hyperfeinfeldern ausgesetzt sind. Die meist verwendeten Modelle, die dies berücksichtigen, sind das Zweigitterplatz- und das Zweifrequenzmodell.

Beim *Zweigitterplatzmodell* wird davon ausgegangen, dass ein Anteil f der Kerne eine einheitliche orientierende Wechselwirkung erfährt, während der Anteil $(1 - f)$ keiner orientierenden Wechselwirkung unterliegt. Für die gemessene Anisotropie R_{exp} gilt dann

$$R_{\text{exp}}(\theta, T) = f R_{\text{theo}}(\theta, T). \quad (1.25)$$

Im *Zweifrequenzmodell* dagegen erfährt der Anteil $(1 - f)$ eine vom ersten Anteil verschiedene Wechselwirkung:

$$R_{\text{exp}}(\theta, T) = f R_1(\theta, T) + (1 - f) R_2(\theta, T). \quad (1.26)$$

⁵Das F-GT-Amplituden-Mischungsverhältnis $y_{\text{F-GT}}$ ist im Gegensatz zu den vorherigen Mischungsverhältnissen von der Form L/L' und nicht L'/L . Es ist aber üblich, $y_{\text{F-GT}}$ auf diese Weise zu definieren, denn im Allgemeinen sind die Fermi-Amplituden klein [Kra86].

Das Zweigitterplatzmodell ist also ein Sonderfall des Zweifrequenzmodells mit $R_2 = 0$. Des Weiteren findet auch das *Dreigitterplatzmodell* Anwendung, bei dem die gesamte Anisotropie gegenüber dem Zweifrequenzmodell um den Faktor \tilde{f} reduziert ist:

$$R_{\text{exp}}(\theta, T) = \tilde{f} [f R_1(\theta, T) + (1 - f) R_2(\theta, T)]. \quad (1.27)$$

Der Anteil $1 - \tilde{f}$ erfährt also gar keine Wechselwirkung.

1.3 Spin-Gitter-Relaxation

Im Gegensatz zu der statischen Kernorientierung kann bei den folgenden dynamischen Messmethoden die Relaxation der Kerne eine wesentliche Rolle spielen. Da die Konzentration der Sondenkerne stets klein genug war, kann zur Beschreibung des Relaxationsmechanismus das *single impurity (SI) limit* verwendet werden. Dabei wird davon ausgegangen, dass die Konzentration der Sondenkerne so niedrig ist, dass sie nur mit dem Wirtsgitter (Spin-Gitter-Relaxation) und nicht untereinander (Spin-Spin-Relaxation) wechselwirken und somit keine Spintemperatur⁶ ausbilden. Die zeitabhängige Besetzungswahrscheinlichkeit $p_m(t)$ eines m -Unterzustandes $|I, m\rangle$ läßt sich durch die Mastergleichung

$$\frac{d}{dt} p_m(t) = \sum_n [W_{n,m} p_n(t) - W_{m,n} p_m(t)] \quad (1.28)$$

beschreiben [Kle86], wobei $W_{i,j}$ die zeitunabhängige Übergangswahrscheinlichkeit vom Niveau $|I, i\rangle$ zum Niveaus $|I, j\rangle$ ist. Eine ausführliche Darstellung der Relaxationsmechanismen und deren theoretische Beschreibung (insbesondere die Lösung des im Folgenden geschilderten Eigenwertproblems) ist in [Kle86] gegeben.

Die Spin-Gitter-Relaxation in Metallen beruht im Wesentlichen auf einem Spinaustauschprozess zwischen den Kernen und den s-Leitungselektronen⁷. Daher werden hier nur Übergangswahrscheinlichkeiten zwischen benachbarten Zuständen betrachtet. Für

⁶Bei dem *spin-temperature (ST) limit* ist die Wechselwirkung zwischen den Sondenkernen stark genug, dass sich zu jeder Zeit eine Boltzmannverteilung mit der entsprechenden Spintemperatur einstellt. Diese Situation liegt bei mittleren Konzentrationen vor.

⁷Da die s-Elektronen keinen Bahndrehimpuls haben, sondern nur ihren Eigendrehimpuls $1/2$, können sie nur eine Drehimpulsänderung $\Delta m_s = 1$ erfahren; der Spin wird also umgeklappt. Daher kann sich aber auch die m -Quantenzahl eines Zustandes $|I, m\rangle$ nur um $\Delta m = 1$ ändern. Aus diesem Grund sind nur Übergänge zwischen benachbarten Niveaus möglich.

Übergänge vom Typ $(m \rightarrow m+1)$ bzw. $(m+1 \rightarrow m)$, verursacht durch Spin-Gitter-Relaxation, gilt

$$W_{m,m+1} = W_{m,m+1}^{\text{sl}} = \frac{T_{\text{int}}}{2C_K} [I(I+1) - m(m+1)] / (e^{x_L} - 1) \quad (1.29)$$

$$W_{m+1,m} = W_{m+1,m}^{\text{sl}} = \frac{T_{\text{int}}}{2C_K} [I(I+1) - m(m+1)] / (1 - e^{-x_L}) \quad (1.30)$$

mit $x_L = T_{\text{int}}/T$. C_K ist die Korringakonstante — sie bestimmt das Relaxationsverhalten. Häufig wird auch eine von den Kerneigenschaften unabhängige charakteristische Größe angegeben: die Relaxationsrate

$$r = \frac{1}{\gamma^2 C_K}. \quad (1.31)$$

Hier ist $\gamma = g\mu_K/\hbar$ das gyromagnetische Verhältnis, wobei \hbar das Plancksche Wirkungsquantum h dividiert durch 2π ist. Durch die Spin-Gitter-Relaxation können sich die Besetzungswahrscheinlichkeiten temperatur- und zeitabhängig ändern; so kann ein Kernensemble einen thermischen Gleichgewichtszustand und somit eine Boltzmannverteilung erreichen. Werden die Besetzungswahrscheinlichkeiten $p_m(t)$ als ein $(2I+1)$ -dimensionaler Vektor $\vec{p}(t)$ dargestellt, kann die Gleichung 1.28 in der Form

$$\dot{\vec{p}}(t) = \mathbf{R}\vec{p}(t) \quad (1.32)$$

dargestellt werden, wobei $\mathbf{R} = (R_{mn})$ die zeitunabhängige Relaxationsmatrix ist mit

$$R_{mn} = \begin{cases} W_{n,m} & \text{für } m \neq n \\ -(W_{n,m+1} + W_{n,m-1}) & \text{für } m = n \end{cases}. \quad (1.33)$$

Die Vertauschung der Indizes ist durch die Darstellung der Besetzungswahrscheinlichkeiten als Spalte bedingt. Eine Lösung der Differentialgleichung 1.32 mit der Anfangsbedingung $\vec{p}(t=0) = \vec{p}(0)$ ist

$$\vec{p}(t) = e^{\mathbf{R}t}\vec{p}(0). \quad (1.34)$$

Zur numerischen Berechnung muss die Gleichung 1.34 noch in eine andere Form gebracht werden. In [Kle86] ist gezeigt, dass sich die Besetzungswahrscheinlichkeiten als

$$\vec{p}(t) = \mathbf{U}e^{\mathbf{K}t}\mathbf{U}^{-1}\vec{p}(0) \quad (1.35)$$

schreiben lassen. Dabei ist die invertierbare Matrix \mathbf{U} aus den Eigenvektoren η_i ($i = 0, 1, \dots, 2I$) von \mathbf{R} zusammengesetzt⁸. Für die diagonale Matrix⁹ $\mathbf{K} = \mathbf{U}^{-1}\mathbf{R}\mathbf{U}$ gilt dann $\mathbf{K}_{ij} = \kappa_i\delta_{ij}$. Dabei ist δ_{ij} das Kroneckersymbol und die κ_i sind die zu den η_i zugehörigen Eigenwerte. Somit kann die Lösung von Gleichung 1.32 durch

$$p_m(t) = \sum_{j=0}^{2I} \left[e^{\kappa_j t} U_{mj} \sum_{i=0}^{2I} U_{ji}^{-1} p_i(0) \right] \quad (1.36)$$

dargestellt werden.

Durch Einstrahlung eines resonanten Hochfrequenzfeldes (siehe Abschnitt 1.4) kommt zu dem Relaxieren der Kerne ein konkurrierender Prozess hinzu. Dieser wird durch das Hochfrequenzmatrixelement

$$W_{m,m+1}^{\text{rf}} = W_{m+1,m}^{\text{rf}} = w_{\text{rf}} [I(I+1) - m(m+1)] \quad (1.37)$$

beschrieben. Dabei ist w_{rf} die „effektive Hochfrequenzleistung“¹⁰. Nun sind noch die Terme $W_{n,m}^{\text{sl}}$ in den Matrixelementen aus Gleichung 1.33 durch

$$W_{n,m} = W_{n,m}^{\text{sl}} + W_{n,m}^{\text{rf}} \quad (1.38)$$

zu ersetzen. Zur numerischen Berechnung kann der entsprechende Weg (wie zuvor beschrieben) verwendet werden. Aus dem gleichen Grund wie in Abschnitt 1.4 beschrieben werden wird, wird experimentell die Anisotropie bei Einstrahlung von frequenzmodulierter und unmodulierter Hochfrequenz ermittelt. Dabei sei erwähnt, dass dies eine vereinfachte Sicht des Einflusses der eingestrahlten Hochfrequenz ist [Kle86, S. 612-614]. Jedoch reicht sie für die in dieser Arbeit beschriebenen Fälle aus.

Eine wesentlich einfachere Sichtweise des Spin-Gitter-Relaxationsprozesses für pauschale praktische Anwendungen ist die Beschreibung der Relaxation mit einer einfachen Exponentialfunktion

$$R(t) = (R(0) - R_{\text{eq}}) e^{-\frac{t}{T_1}} + R_{\text{eq}}. \quad (1.39)$$

⁸Da für $T > 0$ alle Eigenwerte κ_i verschieden voneinander sind [Kle86], existieren auch $2I + 1$ linear unabhängige Eigenvektoren η_i , und somit ist \mathbf{U} invertierbar.

⁹Die Eigenwerte sollen entsprechend geordnet sein, damit \mathbf{K} diagonal ist.

¹⁰ w_{rf} ist proportional zur Hochfrequenzleistung und antiproportional zur Breite der Frequenzmodulation. Wenn nicht alle Subresonanzen erreicht werden, muss dies auch noch berücksichtigt werden. rf steht für radio frequency.

Dabei ist $R(t)$ die zeitabhängige Anisotropie, $R(0)$ die „Startanisotropie“ und R_{eq} die Gleichgewichtsanisotropie, in die $R(t)$ relaxiert. T'_1 ist die effektive Relaxationszeit. Sie unterscheidet sich von der Relaxationszeit¹¹ T_1 dadurch, dass sie aus nur einer Exponentialfunktion und nicht aus mehreren mit dem korrekten Formalismus gewonnen wird.

Mit der Hebel-Slichter-Gleichung [Sli92, S. 151] und Gleichung 1.28 folgt für die Relaxationszeit [Kle86, S. 599] ebenso mit vereinfachenden Annahmen

$$T_1 = \frac{2C_K}{T_{\text{int}}} \tanh\left(\frac{T_{\text{int}}}{2T}\right). \quad (1.40)$$

Das Korringagesetz

$$C_K = T_1 \cdot T \quad (1.41)$$

ist für Temperaturen unterhalb der Wechselwirkungstemperatur nicht mehr gültig. Daher wird häufig eine andere Zeitkonstante τ_{SLR} angegeben, die bei tiefen Temperaturen einen in Bezug auf die Temperaturabhängigkeit konstanten Wert annimmt [Kle86, S. 600]

$$\tau_{\text{SLR}} = \begin{cases} \frac{C_K}{I \cdot T_{\text{int}}} & ,\text{für } T \leq I \cdot T_{\text{int}} \\ \frac{C_K}{T} & ,\text{für } T \geq I \cdot T_{\text{int}} \end{cases}. \quad (1.42)$$

1.4 Magnetische Kernresonanz an orientierten Kernen (NMR/ON)

Die Methode der magnetischen Kernresonanz an orientierten Kernen NMR/ON¹² [Sto86] erlaubt Präzisionsmessungen der magnetischen Hyperfeinfeldaufspaltung. Im Gegensatz zur NO kann mit NMR/ON (sofern ein Resonanzsignal gefunden werden kann) die Verteilung der Hyperfeinfeldaufspaltung gemessen werden. In Gleichung 1.4 muss das Hyperfeinfeld B_{hf} durch ein effektives Feld $B_{\text{hf}}^{\text{eff}}$ ersetzt werden

$$\Delta E_{m \leftrightarrow m+1} = g\mu_K B_{\text{hf}}^{\text{eff}} - (2m + 1)P. \quad (1.43)$$

Hierbei ist $B_{\text{hf}}^{\text{eff}} = B_{\text{hf}} + \text{sign}(B_{\text{hf}})B_{\text{ext}}$ und B_{ext} das extern angelegte Magnetfeld. Ein etwaiges Demagnetisierungsfeld und die genaue Zusammensetzung des Hyperfeinfeldes

¹¹ T_1 ist der Spin-Gitter-Relaxation zugeordnet und T_2 der Spin-Spin-Relaxation.

¹²Abkürzung für **N**uclear **M**agnetic **R**esonance on **O**riented **N**uclei

werden in diesem Abschnitt vernachlässigt, da dies auf das Prinzip der NMR/ON keinen Einfluss hat und die Formeln ansonsten unnötig komplizierter und unübersichtlicher werden würden. Ebenso wird die diamagnetische Korrektur und eine mögliche Knight Shift vernachlässigt.

Durch Einstrahlung eines resonanten elektromagnetischen Feldes \vec{B}_{rf} senkrecht zum extern angelegten statischen Magnetfeld mit der Frequenz

$$\nu_{m \leftrightarrow m+1} = \nu_{\text{M}} - \left(m + \frac{1}{2}\right) \Delta\nu_{\text{Q}} \quad (1.44)$$

werden Übergänge zwischen den beiden Niveaus m und $m + 1$ induziert. Hierbei ist die magnetische Resonanzfrequenz ν_{M} durch

$$\nu_{\text{M}} = \frac{|g\mu_{\text{K}} B_{\text{hf}}^{\text{eff}}|}{h} \quad (1.45)$$

und die elektrische Aufspaltungsfrequenz $\Delta\nu_{\text{Q}}$ durch

$$\Delta\nu_{\text{Q}} = \frac{2P}{h} \quad (1.46)$$

definiert.

Bei der NMR/ON-Resonanz ist der Mechanismus der Hyperfeinfeldverstärkung zu beachten. Entscheidend ist die Tatsache, dass das eingestrahlte elektromagnetische Feld nicht nur auf die Kernspins wirkt, sondern auch die Magnetisierung und somit auch das effektive Hyperfeinfeld etwas aus der Ruhelage ablenkt. Dadurch wird das am Kernort wirksame Hochfrequenzfeld $\vec{B}_{\text{rf}}^{\text{eff}} = \eta \vec{B}_{\text{rf}}$ um den Verstärkungsfaktor η vergrößert. Näherungsweise gilt $\eta = 1 + B_{\text{hf}}/B_{\text{ext}}$ [Sto86, S. 649]. Wird jedoch eine ferromagnetische einkristalline Probe verwendet, so muss noch das so genannte Anisotropiefeld B_{a} berücksichtigt werden. Das Anisotropiefeld ist ein formal eingeführtes Magnetfeld und beschreibt das Feld, welches nötig ist, um die Magnetisierung aus der *leichten Richtung*¹³ herauszudrehen. Beim α -Eisen (bcc¹⁴) ist die [100]-Richtung die leichte Richtung der Magnetisierung. Für den Verstärkungsfaktor gilt dann [See99a, S. 278 ff.]

¹³Die leichte Richtung ist die mit minimaler Anisotropieenergie.

¹⁴Abkürzung für kubisch raumzentriert (**b**ody **c**entered **c**ubic)

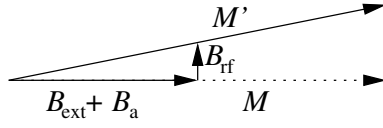


Abbildung 1.2: Einfluss des eingestrahlteten Hochfrequenzfeldes \vec{B}_{rf} auf die Magnetisierung \vec{M} . Die Magnetisierung \vec{M} wird aus ihrer ursprünglichen Richtung nach \vec{M}' heraus gekippt.

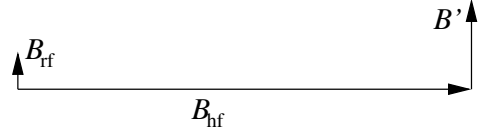


Abbildung 1.3: Auf den Kernspin wirkt der zu \vec{B}_{hf} senkrechte zeitabhängige Anteil $B_{\perp} = B' + B_{\text{rf}}$ der Magnetfelder. Es gilt $B'/B_{\text{hf}} = B_{\text{rf}}/(B_{\text{ext}} + B_{\text{a}})$ (siehe Abbildung 1.2).

$$\eta = 1 + \frac{B_{\text{hf}}}{B_{\text{ext}} + B_{\text{a}}} \quad (1.47)$$

(siehe Abbildungen 1.2 und 1.3). Ist das externe Magnetfeld in eine Richtung mit maximaler Anisotropieenergie angelegt, gilt für diesen Sonderfall (im Bereich $B_{\text{ext}} > B_{\text{a}}$) [See99a]

$$\eta = 1 + \frac{B_{\text{hf}}}{B_{\text{ext}} - B_{\text{a}}}. \quad (1.48)$$

Die Hochfrequenzeinstrahlung verändert die Besetzungsverhältnisse im Vergleich zum durch die Boltzmannverteilung gegebenen thermischen Gleichgewicht. Gemessen wird dann die relative Zerstörung der Anisotropie

$$S(\nu) = \frac{R_{\text{eq}} - R_{\text{rf}}(\nu)}{R_{\text{eq}}}. \quad (1.49)$$

Dabei ist R_{eq} die Anisotropie im thermischen Gleichgewicht und $R_{\text{rf}}(\nu)$ die Anisotropie während der Hochfrequenzeinstrahlung. Die Resonanz ist unter anderem durch die mittlere Lebensdauer $T_{1/2}$ des Ausgangszustandes um $\Gamma_{\text{leb}} = 1/T_{1/2}$ *homogen* verbreitert. Weitere homogene Verbreiterungsmechanismen sind die Dipol-Dipol-Relaxation der einzelnen „Spinpakete“ ($\Gamma_{\text{dip}} = 1/T_2$) und das *Power Broadening*

$$\Gamma_{\text{pow}} = \sqrt{\gamma^2 B_{\text{rf}}^2 \frac{T_1}{T_2}}. \quad (1.50)$$

Hierbei ist die Bedingung für die Resonanzsättigung¹⁵, welche für ein merkliches Resonanzsignal notwendig ist, gegeben durch $\gamma^2 B_{\text{rf}}^2 T_1 T_2 > 1$ [Sto86, S. 648], [Abr61, S. 45 ff.].

¹⁵Bei zu vernachlässigender Spin-Spin-Relaxation kann $T_2 = T_1$ gesetzt werden und die Resonanzsättigung vereinfacht sich zu $\gamma B_{\text{rf}} T_1 > 1$.

Die homogene Resonanzverbreiterung liegt üblicherweise in der Größenordnung von einigen Hertz, kann aber bei nicht zu vernachlässigender Spin-Spin-Relaxation und insbesondere durch das Power Broadening in den Bereich um 1 kHz gelangen. Ihr ist eine deutlich größere Verbreiterung überlagert, die *inhomogene Linienbreite* Γ_{inh} . Sie kann als Verteilung leicht unterschiedlicher Hyperfeinfelder, denen die resonanten Kerne ausgesetzt sind, interpretiert werden [Sto86, S. 648, 649]. Für die gesamte Linienbreite Γ gilt somit

$$\Gamma = \sqrt{\Gamma_{\text{hom}}^2 + \Gamma_{\text{inh}}^2} \quad , \quad \text{mit} \quad \Gamma_{\text{hom}}^2 = \Gamma_{\text{leb}}^2 + \Gamma_{\text{dip}}^2 + \Gamma_{\text{pow}}^2. \quad (1.51)$$

Für Ferromagnete liegt die inhomogene Linienbreite im Bereich¹⁶ von einigen 100 Hz bis zu einigen MHz und somit in der Regel mehrere Größenordnungen über der homogenen Linienbreite. Für Ferromagnete kann also die homogene Verbreiterung normalerweise vernachlässigt werden, und die gesamte Resonanzbreite wird durch die inhomogene Linienbreite bestimmt.

Aufgrund der dominierenden inhomogenen Verbreiterung würde bei Einstrahlung einer scharfen Frequenz nur ein einzelnes Spinpaket resonieren, welches keine merkliche Zerstörung der Anisotropie ergeben würde. Für typische Werte in einem Ferromagneten, wie einer inhomogenen Breite von $\Gamma_{\text{inh}} \sim 1$ MHz, einer Spin-Gitter-Relaxationszeit $T_1 = 10$ s, einer vernachlässigbaren Spin-Spin-Relaxation und einem gyromagnetischen Verhältnis $\gamma = 5 \cdot 10^7 \text{ Hz T}^{-1}$ ($g = 1$) ergibt sich in Resonanzsättigung eine benötigte Hochfrequenzamplitude von $B_{\text{rf}} \sim 10^{-9}$ T am Kernort. Aus der daraus resultierenden homogenen Linienbreite $\Gamma_{\text{hom}} \approx 0,1$ Hz ergeben sich somit 10^7 verschiedene Spinpakete innerhalb der inhomogenen Breite [Sto86, S. 649, B_{rf} neu berechnet]. Für eine scharfe Frequenz, bei der ein Spinpaket resoniert, wäre die relative Zerstörung der Anisotropie $S \approx 10^{-7}$ und somit vernachlässigbar klein. Des Weiteren kommt bei Einstrahlung einer Hochfrequenz zu den Resonanzeffekten noch die Wirbelstromerwärmung hinzu, die zu einer Erhöhung der Proben temperatur und somit zu einer teilweisen Zerstörung der Anisotropie führt. Indem die Frequenz abwechselnd frequenzmoduliert (FM) und unmoduliert (CW)¹⁷ eingestrahlt wird, ergibt sich nur im ersten Fall eine merklich resonante Absorption der Kerne. Der im zweiten Fall gemessene Effekt ist allein auf die Wirbelstromerwärmung zurückzuführen. Frequenzmodulierte Einstrahlung führt dage-

¹⁶Auf die Resonanzfrequenz bezogen liegen die relativen Linienbreiten typischerweise bei $\sim 0,1\%$ bis über 1% .

¹⁷FM steht für **F**requency **M**odulation und CW für **C**arrier **W**ave.

gen zu einer Anisotropieänderung durch Resonanz und Wirbelstromerwärmung. Daher wird in Gleichung 1.49 R_{eq} durch $R_{\text{CW}}(\nu)$ und $R_{\text{rf}}(\nu)$ durch $R_{\text{FM}}(\nu)$ ersetzt, wodurch sich die S -Werte mit Gleichung 1.24 als

$$S(\nu) = \frac{R_{\text{CW}}(\nu) - R_{\text{FM}}(\nu)}{R_{\text{CW}}(\nu)} = \frac{n_{\text{CW}}(\nu) - n_{\text{FM}}(\nu)}{n_{\text{CW}}(\nu) - n_{\text{W}}} \quad (1.52)$$

ergeben. Dabei sind $n_{\text{FM}}(\nu)$ und $n_{\text{CW}}(\nu)$ die Zählraten bei frequenzmodulierter und unmodulierter Hochfrequenzeinstrahlung, und n_{W} ist die Warmzählrate. Ist eine endliche Quadrupolaufspaltung bei gleichzeitig deutlich größerer magnetischer Aufspaltung vorhanden, können die $2I$ Subresonanzen nur aufgelöst werden, wenn die Quadrupolaufspaltung größer als deren Resonanzbreite (oder zumindest nicht viel kleiner) ist. Mit den Methoden AFP und MAPON, die in Abschnitt 1.5 beschrieben werden, können auch Quadrupolaufspaltungen nachgewiesen werden, die kleiner als die gesamte Breite der Resonanz sind.

1.5 Fast Passage

In diesem Abschnitt werden die Grundlagen der Messmethode MAPON¹⁸ vorgestellt. Eine ausführliche Diskussion der Messmethode ist in [CBC88] aufgeführt. Eine Übersicht des Themas ist in [See99a] zu finden.

1.5.1 Adiabatische Inversion

Das grundlegende Prinzip der Messmethoden AFP¹⁹ und MAPON ist die adiabatische Inversion von Besetzungswahrscheinlichkeiten. Im *Laborssystem* hat der Hamiltonoperator für die Wechselwirkung von Kernen mit einem statischen Magnetfeld \vec{B}_0 in z -Richtung und einem dazu senkrecht eingestrahnten, linear polarisierten Hochfrequenzfeld $2B_{\text{rf}} \cos(\omega t)$ in x -Richtung folgende Gestalt:

$$\mathcal{H}_{\text{Lab}} = -\gamma\hbar(B_0 I_z + 2B_{\text{rf}} I_x \cos(\omega t)). \quad (1.53)$$

¹⁸MAPON ist die Abkürzung für **M**odulated **A**diabatic fast **P**assage on **O**riented **N**uclei.

¹⁹AFP ist die Abkürzung für **A**diabatic **F**ast **P**assage.

I_x und I_z sind die Komponenten des Kernspins \vec{I} in x - bzw. in z -Richtung.

Bei Betrachtung des Hamiltonoperators im *Larmorsystem*, also dem System, das sich mit der Kreisfrequenz ω um die z -Achse des Laborsystems dreht, müssen folgende Transformationen durchgeführt werden [Sli92, S. 29 ff]:

$$|\Psi\rangle \rightarrow |\tilde{\Psi}\rangle = e^{-i\omega t I_z} |\Psi\rangle \quad (1.54)$$

$$-\frac{\hbar}{i} \frac{\partial}{\partial t} |\Psi\rangle = \mathcal{H}_{\text{Lab}} |\Psi\rangle \rightarrow -\frac{\hbar}{i} \frac{\partial}{\partial t} |\tilde{\Psi}\rangle = \mathcal{H}_{\text{Rot}} |\tilde{\Psi}\rangle. \quad (1.55)$$

Das linear polarisierte Hochfrequenzfeld $2B_{\text{rf}} \cos(\omega t)$ des Laborsystems kann durch zwei entgegengesetzt rotierende Felder beschrieben werden. Dann gilt

$$2B_{\text{rf}} I_x \cos(\omega t) = B_{\text{rf}} (e^{i\omega t I_z} I_x e^{-i\omega t I_z} + e^{-i\omega t I_z} I_x e^{i\omega t I_z}), \quad (1.56)$$

und der Hamiltonoperator wird im Larmorsystem zu

$$\mathcal{H}_{\text{Rot}} = -\gamma \hbar \left[\left(B_0 - \frac{\omega}{\gamma} \right) I_z + B_{\text{rf}} I_x + e^{-i2\omega t I_z} B_{\text{rf}} I_x e^{i2\omega t I_z} \right]. \quad (1.57)$$

Eines der zirkular polarisierten Felder wird im Larmorsystem statisch, während das andere mit der doppelten Frequenz 2ω rotiert. Daher kann der letzte Term in Gleichung 1.57 vernachlässigt werden, und der Hamiltonoperator im Larmorsystem wird zu

$$\mathcal{H}_{\text{Rot}} = -\gamma \hbar \left[\left(B_0 - \frac{\omega}{\gamma} \right) I_z + B_{\text{rf}} I_x \right]. \quad (1.58)$$

Im rotierenden System ist also die z -Komponente des effektiven Feldes \vec{B}_{eff} (Abbildung 1.4) linear von der Kreisfrequenz ω abhängig. Wird die Frequenz ω adiabatisch²⁰ über die gesamte Resonanz γB_0 gefahren, so wird \vec{B}_{eff} an der x -Achse gespiegelt (das Vorzeichen der z -Komponente wird umgekehrt), wobei der Kernspin \vec{I} dem effektiven Feld \vec{B}_{eff} folgt. Für ein Kernensemble mit $I = 1/2$ kommt es somit zu einer Inversion der Besetzungswahrscheinlichkeiten der beiden m -Unterniveaus. Für Ensembles mit größerem Drehimpuls I wird das Verhalten der Besetzungswahrscheinlichkeiten im Unterabschnitt 1.5.2 beschrieben.

²⁰Das bedeutet langsam genug, sodass die Kernspins dem effektiven Feld \vec{B}_{eff} folgen können.

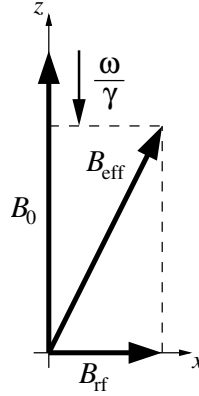


Abbildung 1.4: Das effektive Feld \vec{B}_{eff} setzt sich im Larmorsystem nach Gleichung 1.58 zusammen.

Die Bedingung für die adiabatische Inversion ist nach [CBC88] durch

$$\frac{d\omega}{dt} \ll (\gamma B_{\text{rf}} k_m)^2 \quad (1.59)$$

gegeben, wobei $k_m = \sqrt{I(I+1) - m(m+1)}$ ist. Mit dem „reduzierten adiabatischen Parameter“

$$A = \frac{(\gamma B_{\text{rf}})^2}{d\omega/dt} \quad (1.60)$$

ergibt sich als Maß für die Adiabasie der Inversion zwischen den beteiligten m -Subniveaus $|I, m\rangle$ und $|I, m+1\rangle$ der adiabatische Parameter

$$A_m = k_m^2 A = \frac{(\gamma B_{\text{rf}} k_m)^2}{d\omega/dt}. \quad (1.61)$$

Die Bedingung für adiabatische Inversion lautet $A_m \gg 1$. Nach der Inversion zwischen den beiden m -Subniveaus $|I, m\rangle$ und $|I, m+1\rangle$ sind die Besetzungswahrscheinlichkeiten ${}^f p_j$ gegeben durch²¹

$$\begin{pmatrix} {}^f p_m \\ {}^f p_{m+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 - \text{Inv}(A_m) & \text{Inv}(A_m) \\ \text{Inv}(A_m) & 1 - \text{Inv}(A_m) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} {}^i p_m \\ {}^i p_{m+1} \end{pmatrix}. \quad (1.62)$$

²¹Dies gilt nur, wenn die Inversionen der verschiedenen Resonanzen nacheinander und nicht gleichzeitig ablaufen.

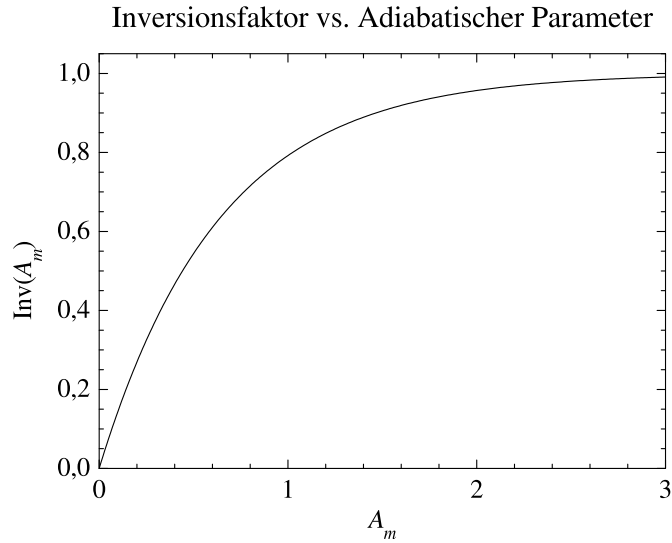


Abbildung 1.5: Die Funktion $\text{Inv}(A_m)$ gibt den Anteil der Kerne an, der bei einem AFP-Sweep über die Resonanz der beiden Zustände $|I, m\rangle$ und $|I, m+1\rangle$ invertiert wird. Es gilt $\lim_{A_m \rightarrow \infty} \text{Inv}(A_m) = 1$, was einer vollständigen Inversion entspricht.

Dabei sind die $i p_j$ die ursprünglichen Besetzungswahrscheinlichkeiten und $\text{Inv}(A)^{22}$ ist die Funktion, die den Anteil der invertierten Kerne angibt (der Anteil $1 - \text{Inv}(A_m)$ der Kerne bleibt in seinem ursprünglichen Zustand). Abbildung 1.5 zeigt den Verlauf der Funktion $\text{Inv}(A_m)$ für die

$$\lim_{A_m \rightarrow \infty} \text{Inv}(A_m) = 1 \quad (1.63)$$

gilt, was einer vollständigen Inversion der beiden m -Subniveaus entspricht.

1.5.2 Adiabatic Fast Passage (AFP)

Ist das Kernensemble sowohl magnetischer als auch elektrischer Wechselwirkung ausgesetzt, gilt für den Hamiltonoperator näherungsweise [CJS74]

$$\mathcal{H}_{\text{Rot}} = -\gamma \hbar \left[\left(B_0 - \frac{\omega}{\gamma} \right) I_z + B_{\text{rf}} I_x \right] + P \left[P_2(\cos \Theta) \left(I_z^2 - \frac{I(I+1)}{3} \right) \right], \quad (1.64)$$

wobei $P_2(\cos \Theta) = (3 \cos^2 \Theta - 1)/2$ das zweite Legendrepolynom und Θ der Winkel zwischen der z -Achse des Hauptachsensystems des elektrischen Feldgradiententensors

²²Die Funktion $\text{Inv}(A_m)$ wurde freundlicherweise in Form tabellarischer Zahlenwerte von der Kernorientierungsgruppe der TU München zur Verfügung gestellt [See99b].

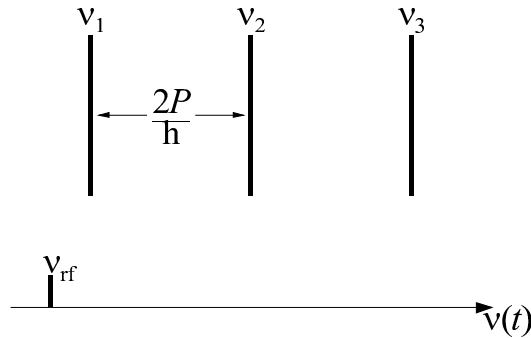


Abbildung 1.6: Bei einem AFP-Sweep wird eine einzelne Frequenz ν_{rf} über die Resonanzen ν_i (Energiedifferenz zweier benachbarter Zustände) gefahren. Hier ist die Situation für $\Theta = 0$ (siehe Gleichung 1.64) und $I = 3/2$ gezeigt. Die Resonanz zwischen den beiden meistbevölkerten Zuständen wird üblicherweise mit dem Index 1 gekennzeichnet.

und der Richtung von \vec{B}_0 ist.

Im Gegensatz zu NMR/ON werden bei AFP und MAPON nur scharfe Frequenzen und keine Frequenzbänder verwendet. Diese Frequenzen werden adiabatisch (siehe Unterabschnitt 1.5.1) und „schnell“ (fast) über die gesamte Resonanz gefahren („Sweep“). Schnell bedeutet hier, dass die benötigte Zeit für den Sweep klein gegenüber der Relaxationszeit ist. So können Relaxationsprozesse während des Sweeps vernachlässigt werden. Nach dem Sweep jedoch, sorgen die Relaxationsprozesse dafür, dass die Besetzungswahrscheinlichkeiten (und damit auch die Anisotropie) wieder in das thermische Gleichgewicht zurück relaxieren kann.

Bei AFP wird eine einzelne Frequenz (ν_{rf}) über den gesamten Bereich der Resonanz gefahren (Abbildung 1.6). Dadurch kommen jeweils nur zwei benachbarte m -Untersubzustände zur Resonanz²³. Für $(d\omega/dt)P > 0$ werden zunächst die Besetzungen der Zustände mit $m = I$ und $m = I - 1$ (die Zustände mit den größten Besetzungswahrscheinlichkeiten; der Übersichtlichkeit wegen ist $g > 0$ angenommen) invertiert. Danach wird die Resonanz zwischen den Zuständen mit $m = I - 1$ (dieser hat nun die größte Besetzungswahrscheinlichkeit) und $m = I - 2$ erreicht, und deren Besetzungswahrscheinlichkeiten werden invertiert. Ist die Frequenz über alle Subresonanzen hinweg gefahren, ist die größte Besetzungswahrscheinlichkeit zum Zustand $|I, -I\rangle$ „gewandert“ und alle anderen „um einen Platz nach unten gerückt“. Für $(d\omega/dt)P < 0$ wandert die kleinste Besetzungswahrscheinlichkeit zum Zustand $|I, I\rangle$ „gewandert“ und alle anderen „um einen Platz nach oben gerückt“.

²³Für rein magnetische Aufspaltung finden alle Resonanzen gleichzeitig statt. Dadurch werden nicht die benachbarten Besetzungswahrscheinlichkeiten nacheinander invertiert, sondern die Besetzungswahrscheinlichkeiten der Niveaus $|I, m\rangle$ und $|I, -m\rangle$ [See99a].

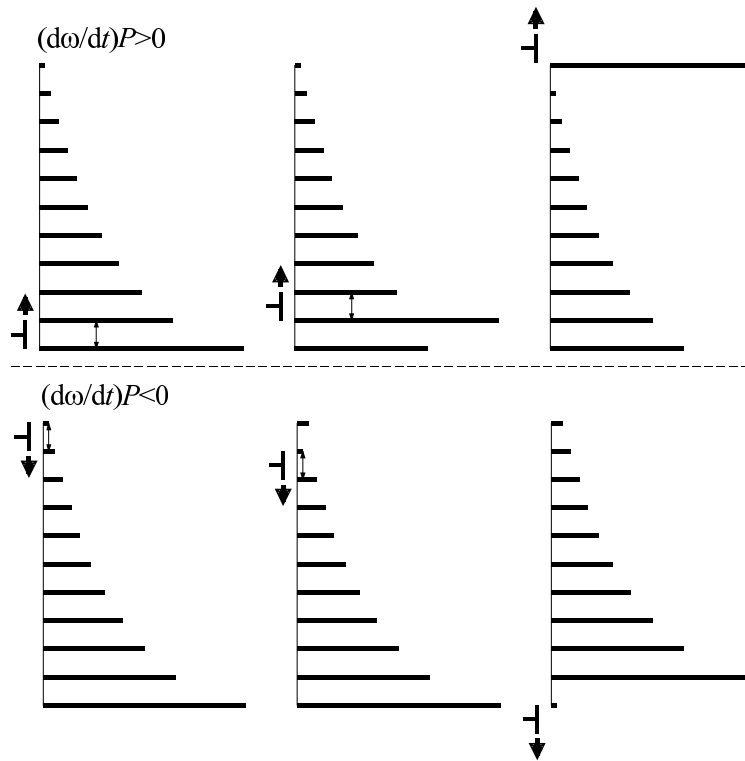


Abbildung 1.7: Die Vertauschungen der Besetzungszahlen bei einem AFP-Sweep sind hier exemplarisch für einen Kernspin $I = 5$ für die beiden Richtungen $(d\omega/dt)P > 0$ und $(d\omega/dt)P < 0$ gezeigt. Das Symbol „†“ zeigt die Frequenz ν_{rf} , die über die Resonanzen gefahren wird; der Pfeil zeigt die Sweep-Richtung der Frequenz an. Eine Resonanz ist erreicht, wenn die Frequenz genau zwischen zwei Besetzungswahrscheinlichkeiten liegt. Die Lagen der Besetzungswahrscheinlichkeiten sind nicht energetisch zu verstehen, sondern zeigen vielmehr die zu den Resonanzen gehörigen Inversionen.

wahrscheinlichkeit vom Zustand $|I, -I\rangle$ zum Zustand $|I, I\rangle$, und alle anderen „rutschen einen Platz nach oben“ (Abbildung 1.7).

Experimentell zugänglich ist dieses Verhalten über die Änderung der Anisotropie der Zerfallsstrahlung. Bei γ -Übergängen ist die relative Änderung der Anisotropie R gegenüber der Anisotropie im thermischen Gleichgewicht R_{eq} in erster Ordnung durch die relative Änderung des Orientierungsparameters B_2 (siehe Gleichung 1.9)

$$\Delta B_2/B_2 = \frac{B_{2,\text{eq}} - B_2}{B_{2,\text{eq}}} \quad (1.65)$$

gegeben. Das zeitliche Verhalten bei AFP-Messungen wird in drei Bereiche unterteilt:

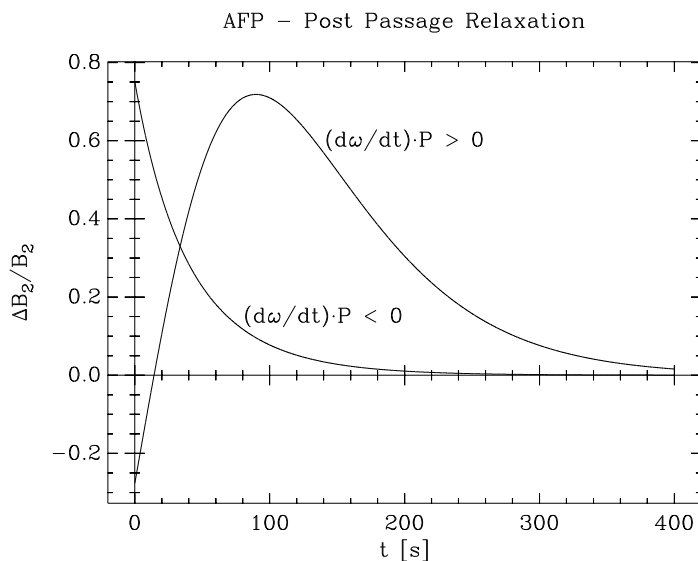


Abbildung 1.8: Die berechneten post-passage-Relaxationen nach einem AFP-Sweep [Bab98] zeigen für die beiden Richtungen $(d\omega/dt)P > 0$ und $(d\omega/dt)P < 0$ deutlich die Sweep-Asymmetrie, aus der das Vorzeichen der Quadrupolaufspaltung $\Delta\nu_Q = 2P/h$ bestimmt werden kann.

pre-, mid- und post-passage. Der pre-passage-Bereich ist der vor dem Sweep, in dem die Anisotropie im thermischen Gleichgewicht ist. Darauf folgt der Bereich während des Sweeps (mid-passage) und anschließend der post-passage-Bereich, in dem die Anisotropie ins thermische Gleichgewicht zurück relaxiert. Abbildung 1.8 zeigt den post-passage-Bereich von $\Delta B_2/B_2$ nach dem AFP-Sweep für die beiden Richtungen $(d\omega/dt)P > 0$ und $(d\omega/dt)P < 0$. Der Zeitnullpunkt ist das Ende des Sweeps.

Für $(d\omega/dt)P > 0$ ist das Signal zunächst negativ und dem Betrag nach deutlich kleiner als das Signal für $(d\omega/dt)P < 0$. Danach steigt es bis zu einem Maximum an und fällt dann wieder auf Null ab. Direkt nach dem Sweep haben sich die Besetzungszahlen der beiden Niveaus $|I, I\rangle$ und $|I, -I\rangle$ mit Abstand am meisten geändert. Die Besetzungszahlen der anderen Niveaus haben sich dahingegen kaum geändert. Da eine Umbesetzung zwischen zwei Subniveaus $|I, m\rangle$ und $|I, -m\rangle$ auf Grund der Symmetrie der Wigner-3j-Symbole keine Änderung der Orientierungsparameter B_k für geradzahliges k herbeiführt, liefert diese Sweeprichtung direkt nach dem Sweep nur ein kleines Signal. Während die Besetzungszahlen ins thermische Gleichgewicht zurückrelaxieren werden zwischenzeitlich auch die mittleren Niveaus stärker bevölkert, das Signal erreicht sein Maximum und fällt wieder ab, da sich das System dem thermischen Gleichgewicht nähert.

Für $(d\omega/dt)P < 0$ ist ein starkes Signal zu beobachten, das exponentiell abfällt. Hier ist die größte Änderung der Besetzungszahlen bei den beiden untersten Niveaus zu finden. Dies ergibt eine große Änderung des Orientierungsparameters B_2 , die stetig abnimmt, während die Besetzungszahlen alle „quasi einen Platz nach unten relaxieren“.

Da direkt nach dem Sweep für $(d\omega/dt)P < 0$ ein deutliches Signal vorhanden ist, nennt man diese Sweep-Richtung die „Vorwärtsrichtung“, während für $(d\omega/dt)P > 0$ direkt nach dem Sweep ein vergleichbar kleines Signal vorhanden ist. Daher nennt man diese Richtung die „Rückwärtsrichtung“.

Da in der Praxis die Unterschiede deutlich kleiner sein können und bei sehr breiten Quadrupolaufspaltungsverteilungen (Probleme treten ab einer Halbwertsbreite der Verteilung $\Gamma_Q \gtrsim 1,4 \cdot \Delta\nu_Q$ auf [See99a, S. 62], dabei ist $\Delta\nu_Q$ die Mittenfrequenz der Quadrupolaufspaltungsverteilungen und Γ_Q deren Halbwertsbreite) ein merklicher Anteil der anderen Richtung mitgemessen wird, reicht es nicht aus, die Formen der Kurven für die beiden Sweep-Richtungen zu vergleichen. Hier ist eine numerische Auswertung nötig (siehe Abschnitt 3.8). Dabei können mit Gleichung 1.62 die Besetzungszahlen nach dem AFP-Sweep berechnet und mit den in Abschnitt 1.3 aufgeführten Gleichungen das zeitliche Verhalten der Besetzungszahlen bestimmt werden. Daraus ergibt sich der Verlauf der Anisotropie.

1.5.3 Modulated Adiabatic fast Passage on Oriented Nuclei (MAPON)

Im Gegensatz zu AFP werden bei MAPON zwei Frequenzen ${}^1\nu_{\text{rf}} = \nu_C + \nu_{\text{mod}}$ und ${}^2\nu_{\text{rf}} = \nu_C - \nu_{\text{mod}}$ mit einem festen Abstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$ über die Resonanz gefahren (Abbildung 1.9). Dies wird durch amplitudenmodulierte Hochfrequenzeinstrahlung realisiert (siehe Abschnitt 2.1), wobei die Trägerfrequenz ν_C mit der Modulationsfrequenz ν_{mod} amplitudenmoduliert wird. Gleichung 1.53 wird dann zu

$$\begin{aligned} H_{\text{Lab}} &= -\gamma\hbar [B_0 I_z + 2B_{\text{rf}} I_x \cos(\omega_C t) \cos(\omega_{\text{mod}} t)] \\ &= -\gamma\hbar [B_0 I_z + B_{\text{rf}} I_x \cos([\omega_C - \omega_{\text{mod}}] t) + B_{\text{rf}} I_x \cos([\omega_C + \omega_{\text{mod}}] t)]. \end{aligned} \quad (1.66)$$

Das Prinzip beruht wie bei AFP auf der adiabatischen Inversion von Besetzungswahrscheinlichkeiten. Jedoch sind im Allgemeinen mehr als nur zwei benachbarte Zustände

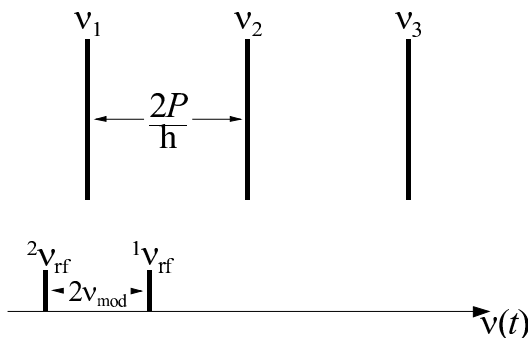


Abbildung 1.9: Bei einem MAPON-Sweep werden im Gegensatz zu einem AFP-Sweep zwei Frequenzen (${}^1\nu_{\text{rf}}, {}^2\nu_{\text{rf}}$) mit dem Abstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$ über die Resonanzen gefahren. Wie in Abb. 1.6 ist hier die Situation für $\Theta = 0$ (s. Gl. 1.64) und $I = 3/2$ gezeigt.

an der Inversion beteiligt. Der resultierende Effekt für einen MAPON-Sweep kann folgendermaßen beschrieben werden:

$\Delta\nu < |2P/h|$: Bevor die erste Frequenz die zweite Subresonanz erreicht, gelangt die zweite Frequenz zur ersten Subresonanz. Bevor eine weitere Resonanz erreicht wird, erfolgen also zwei adiabatische Inversionen der ersten beiden Zustände. Bei vollständiger Inversion ($\text{Inv}(A_m) = 1$) wird durch die zweite Inversion die erste komplett rückgängig gemacht. Das Gleiche geschieht bei den folgenden Resonanzen, und somit ergibt sich keine resultierende Änderung gegenüber dem thermischen Gleichgewicht vor dem Sweep. Ist der adiabatische Parameter zu klein, so dass $\text{Inv}(A_m) < 1$ gilt, heben sich die beiden Inversionen an den Resonanzen nicht komplett gegenseitig auf, und man erhält eine kleine Nettoänderung nach dem Sweep.

$\Delta\nu > |2P/h|$: In diesem Fall resoniert die erste Frequenz bereits die zweite Subresonanz (zwischen dem zweiten und dritten Subniveau) bevor die zweite Frequenz die erste Resonanz erreicht. Die Inversionen durch die beiden Frequenzen laufen also völlig unabhängig voneinander ab. Zunächst wird die Besetzungswahrscheinlichkeit des ersten Subniveaus und anschließend die des zweiten Subniveaus „an das Ende geschoben“. Daher liegt die Besetzungswahrscheinlichkeit des zweiten Subniveaus an „letzter“ und die des ersten Subniveaus an „vorletzter“ Stelle. Zwei schnell hintereinander durchgeführte AFP-Sweeps hätten den gleichen Effekt.

Für $\Delta\nu = |2P/h|$ hängt die Vertauschung der Besetzungszahlen davon ab, ob der Kern-

spin halb- oder ganzzahlig ist. Im Fall von halbzahligem Spin ist der Endzustand identisch mit dem des letzten Falls $\Delta\nu > |2P/h|$; bei geradzahligem Spin sind die letzten beiden Besetzungswahrscheinlichkeiten vertauscht. Der Grund dafür liegt darin, dass bei $\Delta\nu = |2P/h|$ drei benachbarte Subniveaus gleichzeitig resonieren [CBC88] und nicht wie in den anderen Fällen nur zwei benachbarte Subniveaus. Abbildung 1.10 zeigt die zyklische Permutation für die beiden Fälle $\Delta\nu < |2P/h|$ (in Rückwärtsrichtung) und $\Delta\nu > |2P/h|$ (in Rück- und Vorwärtsrichtung).

Als Messgröße dient bei MAPON wie bei NMR/ON die relative Zerstörung der Anisotropie (sie wird zur Unterscheidung M genannt)

$$M(\Delta\nu) = \frac{R_{\text{pre}} - R_{\text{post}}(\Delta\nu)}{R_{\text{pre}}}. \quad (1.67)$$

Hier ist R_{pre} die Anisotropie im pre-passage-Bereich (thermisches Gleichgewicht) und $R_{\text{post}}(\Delta\nu)$ die über einen bestimmten Bereich gemittelte Anisotropie des post-passage-Signals in Abhängigkeit des Frequenzabstandes $\Delta\nu$ der beiden eingestrahlten Frequenzen ${}^1\nu_{\text{rf}}$ und ${}^2\nu_{\text{rf}}$. Jedoch wird im Unterschied zu NMR/ON die relative Zerstörung in Abhängigkeit des Frequenzabstandes $\Delta\nu$ ermittelt.

Abbildung 1.11 zeigt die MAPON-Spektren aus einer Modell-Rechnung [Bab98], bei der eine scharfe Verteilung der Quadrupolaufspaltung der Form $\delta(\nu_{\text{mod}} - P/h)$ zu Grunde gelegt wurde. In Vorwärtsrichtung ergibt sich eine aufgeweichte Stufenfunktion. Sowohl die Aufweichung als auch die kleine Verschiebung gegenüber dem Zentrum sind von der Größenordnung $\gamma B_{\text{rf}}/2\pi$. Die Genauigkeit, mit der die Quadrupolaufspaltung gemessen werden kann, ist also dadurch nach unten beschränkt. Ist die Quadrupolaufspaltung (oder die Breite der Verteilung) jedoch deutlich größer als $\gamma B_{\text{rf}}/2\pi$, kann diese Ungenauigkeit vernachlässigt werden. Nun kann die Verteilung einer realen Quadrupolaufspaltung durch zusammengesetzte Delta-Funktionen beschrieben werden (Dirac'scher Kamm), und daher setzt sich das MAPON-Spektrum aus entsprechend vielen aufgeweichten Stufenfunktionen zusammen. Das MAPON-Spektrum ist somit bis auf einen Faktor das Frequenzintegral über die Verteilung der Quadrupolaufspaltung. Dies gilt unabhängig von der Breite der Verteilung der magnetischen Aufspaltung, die um ein Vielfaches größer sein kann als die Breite der Quadrupolaufspaltungsverteilung, denn das MAPON-Signal hängt von dem Abstand $\Delta\nu$ der beiden „Sweep-Frequenzen“ ab und nicht von der inhomogenen Verbreiterung der einzelnen Subniveaus.

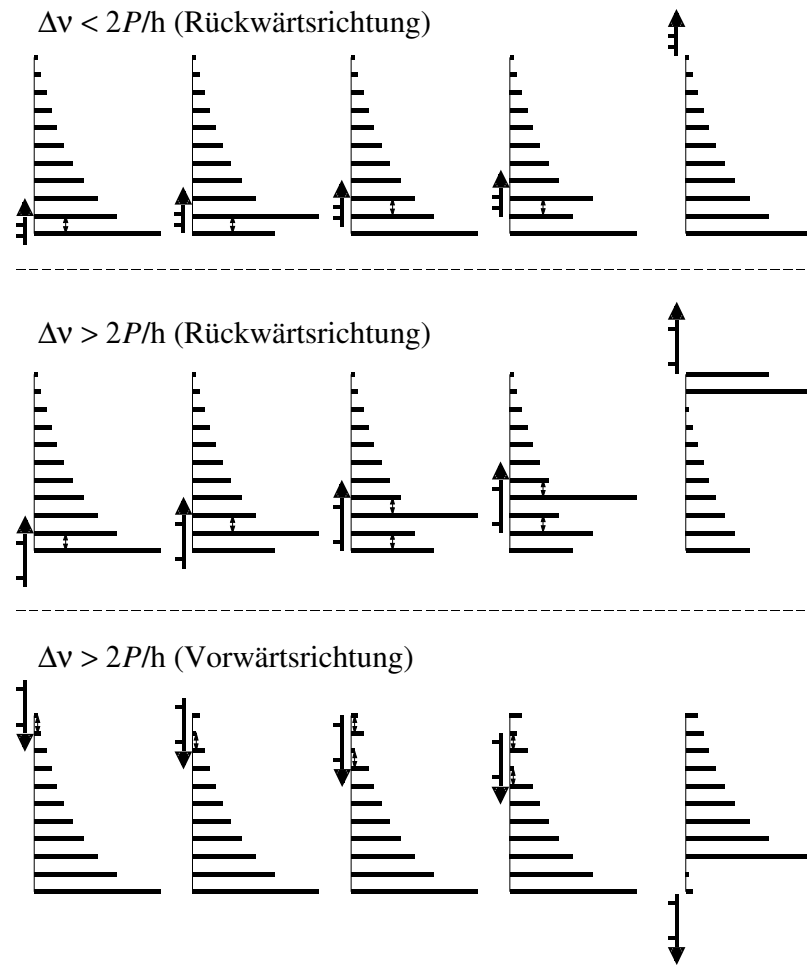


Abbildung 1.10: Die Symbole in dieser Abbildung (Kernspin $I = 5$) haben die gleiche Bedeutung wie in Abbildung 1.7. Bei einem MAPON-Sweep werden aber zwei Frequenzen über die Resonanzen gefahren. Ist der Abstand der beiden Frequenzen kleiner als die Quadrupolaufspaltung $\Delta\nu_Q$ (siehe Gleichung 1.46), ergibt sich im Idealfall keine resultierende Änderung der Besetzungswahrscheinlichkeiten (nur für die Rückwärtsrichtung gezeigt). Bei einem größeren Abstand als die Quadrupolaufspaltung $\Delta\nu_Q$ werden die beiden unteren Besetzungswahrscheinlichkeiten nach oben (Rückwärtsrichtung) beziehungsweise die beiden oberen nach unten „geschoben“ (Vorwärtsrichtung).

Die vereinfachte Modell-Rechnung liefert dem gegenüber in der Rückwärtsrichtung ein zu vernachlässigendes Signal. In der Praxis ist dies aber nicht immer der Fall. Vielmehr ergibt die Rückwärtsrichtung auch ein Signal wie die Vorwärtsrichtung, allerdings mit kleinerer Amplitude. Daher kann aus dem MAPON-Spektrum nicht zwingend auf das Vorzeichen der Quadrupolaufspaltung geschlossen werden. Die Verteilung selber (bis auf

MAPON-Modell-Spektren

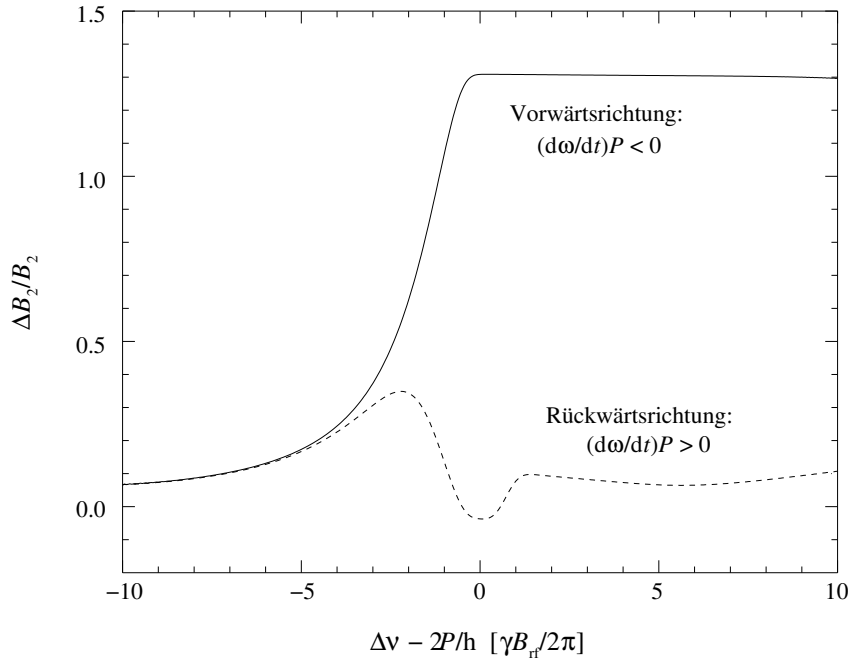


Abbildung 1.11: Die berechneten MAPON-Modell-Spektren (hier die relative Änderung der Orientierungsparameter B_2 , siehe Gleichung 1.9) sind für die Vorwärts- (durchgezogene Linien) und Rückwärtsrichtung (gestrichelte Linien) für einen adiabatische Parameter $A = 4,0$ gezeigt. Die Rechnungen wurden mit dem gleichen Programm durchgeführt, mit dem auch die Spektren in [Bab98, Abb. 1.12] berechnet wurden. Die weiteren Parameter sind Quadrupolaufspaltung $P/h = 25 \gamma B_{rf}/2\pi$, Kernspin $I = 5$, Gitter-Temperatur $T = 10$ mK, Wechselwirkungstemperatur $T_{\text{int}} = 10$ mK und Zeitschritt $dt = 0,008/\gamma B_{rf}$; es wurde eine Verteilung der Quadrupolaufspaltung der Form $\delta(\Delta\nu - 2P/h)$ zugrunde gelegt.

das Vorzeichen) kann trotzdem ermittelt werden. Das Programm zur Modellrechnung wurde 1997 entwickelt. Auf einem heutigen PC (Pentium 4 mit 2,4 GHz, 1 GB Arbeitsspeicher) dauert die Berechnung des Spektrums für eine Sweep-Richtung mit den Einstellungen aus Abbildung 1.11 mehrere Stunden. Für kleinere adiabatische Parameter verlängert sich die benötigte Zeit für eine Berechnung erheblich. Da 1997 nur deutlich langsamere Prozessoren zur Verfügung standen und somit die einzelnen Berechnungen um ein Vielfaches länger dauerten, wurden die Modellrechnungen vereinfacht konzipiert. Bei extrem breiten Verteilungen ($\Gamma_Q \gtrsim 1,3 \cdot |\Delta\nu_Q|$ [See99a, S. 62]) tritt zusätzlich das Problem auf, dass gleichzeitig Quadrupolaufspaltungen mit verschiedenen Vorzeichen vorhanden sind. Daher wird eine Überlagerung von Vor- und Rückwärtsrichtung gemes-

sen, die sehr unempfindlich auf die genaue Lage der Mittenfrequenz ist. In Abschnitt 3.9 wird gezeigt, wie diese MAPON-Spektren auszuwerten sind.

2 Kernorientierungsanlage FOLBIS

Das Kernstück der Bonner Kernorientierungsanlage FOLBIS (**F**rigerator **O**n **L**ine to the **B**onn **I**sotope **S**eparator) [HFF⁺78], [Her86] ist ein $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostat. Die Kühlleistung des Kryostaten wird mit $400\ \mu\text{W}$ bei $100\ \text{mK}$ angegeben [Oxf91]. Im kontinuierlichen Betrieb konnten Temperaturen von ca. $7\ \text{mK}$ erreicht werden. In [Lou74] wird das physikalische Prinzip eines $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten ausführlich beschrieben. Neben dem *Top-Loading-System*, welches Probenwechsel im kalten Kryostaten ($\leq 4\ \text{K}$) ermöglicht ohne ihn aufzuwärmen, ist der gekühlte Schwerionenkanal (*Side Access*) eine Besonderheit des Kryostaten. Der Side Access verbindet den Isotopenseparator mit dem Kryostaten. Durch ihn ist die Möglichkeit vorhanden, Sondenkerne direkt in eine kalte Wirtsmatrix zu implantieren. Somit werden mögliche Strahlenschäden „eingefroren“ die bei Raumtemperatur ausheilen würden, und das aus Wirtsmatrix und Sondenkernen hergestellte System kann anschließend mit den Methoden der Tieftemperaturkernorientierung untersucht werden, ohne die Probe solchen Ausheilungsprozessen auszusetzen. Die Defektsituation der Probe kann also direkt nach der Implantation¹ untersucht werden. In [Däm89] wurde der Einfluss der Implantationsbedingungen auf die Hyperfeinwechselwirkung am System $^{82}\text{BrFe}$ systematisch untersucht.

Der Bonner Isotopenseparator ist ebenfalls in [HFF⁺78], [Her86] beschrieben. Um ^{82}Br (im Rahmen dieser Arbeit wurde bei den Implantationen nur dieses Isotop verwendet) zu implantieren, wurde eine von K. FREITAG entwickelte Oberflächenionisationsquelle für negative Ionen [HDF⁺87] verwendet. Der Vorteil gegenüber den früher verwendeten Ionenquellen für positive Ionen nach NIELSEN [Nie57] liegt darin, dass das stabile $^{81}\text{BrH}^+$, welches isobar zu ^{82}Br ist und sich in nicht zu vernachlässigenden Mengen in der Ionenquelle bildet, nicht mit implantiert wird. Dadurch kann der Untergrund deutlich reduziert werden.

¹Das heißt nach dem *Thermal Spike* (siehe Abschnitt 4.1).

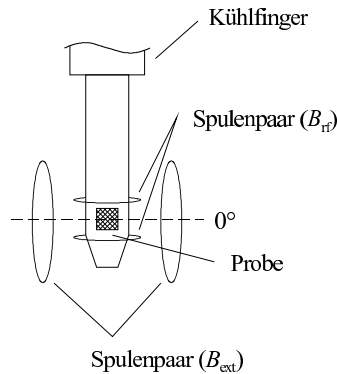


Abbildung 2.1: Gezeigt ist der Kühlfinger des Kryostaten der Kernorientierungsanlage FOLBIS und die Anordnung der Spulenpaare. Die Orientierungsachse (z -Achse) wird durch das externe Magnetfeld B_{ext} festgelegt. Senkrecht dazu kann ein Hochfrequenzfeld B_{rf} eingestrahlt werden. Pickupspule und Side Access sind nicht eingezeichnet. Die Probe ist auf der dem Isotopenseparator zugewandten Seite angebracht.

Die zu untersuchende Probe wird auf einen kupfernen Kühlfinger mit geeignetem Lot aufgelötet oder mit einer Klemmvorrichtung auf dem Kühlfinger befestigt. Die Orientierungsachse, bezüglich der die Anisotropie gemessen wird, wird durch das statische externe Magnetfeld B_{ext} festgelegt. Das Spulenpaar zur Erzeugung von B_{ext} ist entsprechend der Abbildung 2.1 senkrecht zum Kühlfinger montiert. Der supraleitende Magnet kann Feldstärken bis zu 2 Tesla erzeugen. Ein senkrecht zu dieser 0° -Richtung in Helmholtzgeometrie angebrachtes Spulenpaar liefert das linear polarisierte Hochfrequenzfeld. Zusätzlich ist etwas weiter außen ein weiteres Spulenpaar angebracht (Pickupspule), mit dem die Leistung der eingestrahelten Hochfrequenz kontrolliert werden kann. Neben der Probe (Wirtsmatrix mit radioaktiven Sondenkernen) ist auf dem Kühlfinger noch ein Kernthermometer² angebracht, mit dem die Probentemperatur bestimmt werden kann. Dieses wird auf der Rückseite des Kühlfingers platziert, damit es auch im Zentrum des externen Feldes B_{ext} liegt und nicht durch die Implantation zerstört wird.

Frühere Testmessungen, bei denen Hochfrequenzen zwischen 1 MHz und 1 GHz in den Kryostaten eingestrahlt wurden, ergaben mehrere „Power-Resonanzen“, innerhalb derer die Probentemperatur durch Wirbelstromerwärmung deutlich anstieg [Fri92]. Die

²Ein Kernthermometer ist ein System, bestehend aus einer Wirtsmatrix und einer Sondenkernart, dessen Temperaturabhängigkeit der γ -Anisotropie sehr genau bekannt ist. Über die gemessene Anisotropie kann die Temperatur in einem bestimmten, für jedes Kernthermometer spezifischen Bereich bestimmt werden.

stärksten Power-Resonanzen waren in den drei Frequenzbereichen 280 MHz – 400 MHz, 500 MHz – 530 MHz und 560 MHz – 630 MHz zu finden [Sev93]. Die Resonanzen der in dieser Arbeit untersuchten Systeme liegen bei ≈ 200 MHz ($^{82}\text{BrFe}$, bis zu einigen MHz Halbwertsbreite [Däm89], Kapitel 4) und ≈ 57 MHz ($^{59}\text{FeFe}$, Halbwertsbreite $\ll 1$ MHz [OCYO96], Kapitel 5) und somit deutlich außerhalb einer dieser Power-Resonanzen.

Zur Messung der γ -Strahlung waren bis zu drei Ge-Detektoren unter 0° , 90° und 180° bezüglich des externen Magnetfeldes um den Kühlfinger des Kryostaten aufgestellt. Ein weiterer Ge-Detektor war auf die Bleiblenen im Side Access (ca. 0,5 m Abstand von der Probe) gerichtet, um die Fokussierung auf diese Lochblende abschätzen zu können. Für die Messungen der β -Anisotropien wurde ein Teilchendetektor³ (PIN-Diode) [Fuc95] auf der Innenseite des 4K-Schildes unter 180° montiert. Jeder Detektorkreis besteht aus Detektor, Vorverstärker, Hauptverstärker und einem ADC (**A**nalog **D**igital **C**onverter). Die Daten vom ADC werden an das Histogramming Memory (HM) übergeben, auf der CAMAC⁴-Ebene ausgelesen und über einen Q-Bus an den Datenaufnahmerechner (VAX 3200) weitergeleitet. Der Router [Gri92] steuert unabhängig vom Rechner die Datenaufnahme und Auslese. Um Messzeitverluste bei der Datenauslese zu verhindern, werden die Daten abwechselnd in die obere beziehungsweise untere Hälfte des HM geschrieben, während die jeweils vorherige Messung unabhängig vom Schreibvorgang ausgelesen werden kann. Zur Totzeitbestimmung der Detektoren wird ein 50 Hz Referenzpuls in die Vorverstärker eingespeist. Eine weitere, etwas andere Art die Daten auf die Totzeit (und auch die Lebensdauer) zu korrigieren, ist im Unterabschnitt 3.1.1 erläutert. Die benötigte Hoch- und Niederfrequenz wird von drei Frequenzgeneratoren geliefert, die ebenfalls über die CAMAC-Ebene gesteuert werden. Als Schnittstelle dient hier ein GBIP⁵-Interface. Es sind noch weitere, zur Steuerung der Messung notwendige Geräte, wie z. B. eine Echtzeituhr (Realtime Clock) zur Bestimmung der genauen Messzeit im CAMAC-Crate untergebracht. Die Vernetzung der Geräte ist in Abbildung 2.2 gezeigt.

Bei den NO-Messungen wird die Anisotropie in Abhängigkeit von der Temperatur er-

³Im Kryostaten wurde zusätzlich eine weitere PIN-Dioden für die Beobachtungsrichtung 90° eingebaut. Zur Winkelverteilung der β -Strahlung aus dem Zerfall des ^{59}Fe trägt aus Gleichung 1.7 aber nur der Term mit $k = 1$ bei. Auf Grund des ersten Legendrepolynoms ist der Term für $\theta = 90^\circ$ gleich Null. Somit ist die Anisotropie für diese Richtung auch gleich Null. Für diese Messungen wurde daher, neben dem in Abschnitt 5.2 genannten Grund, die zweite PIN-Diode nicht verwendet.

⁴CAMAC (**C**omputer **A**ided **M**easurement **A**nd **C**ontrol) ist ein internationaler Standard für die modulare Instrumentierung von Experimentensystemen in vielen Bereichen der Physik.

⁵GBIP (**G**eneral **P**urpose **I**nterface **B**us) ist ein internationaler Standard für die Verbindung von programmierbaren Messapparaten mit deren Steuereinrichtung.

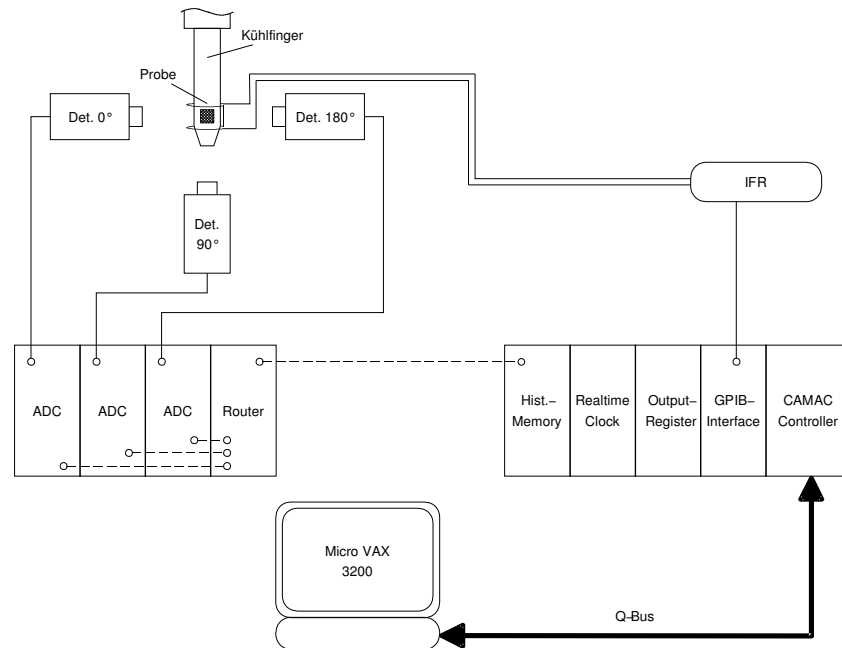


Abbildung 2.2: Das Blockdiagramm zeigt die Vernetzung der Elektronik für die NO- und NMR/ON-Messungen. Bei NO-Messungen werden der HF-Generator „IFR“ und das HF-Spulenpaar nicht benötigt. Der Teilchendetektor für die β -Anisotropie-Messungen ist nicht eingezeichnet. Ebenso sind die Pickup-Spule und die das externe Magnetfeld erzeugenden Spulen nicht dargestellt.

mittelt. Dafür steht eine Automatische-Mischkammer-Heizung (ATM) zur Verfügung [Wal84], die über einen stromdurchflossenen Widerstand die Mischkammer des Kryostaten und somit auch den Kühlfinger mit der Probe und dem Kernthermometer sukzessive etwas aufwärmt. Die Stromzufuhr wird nach einem einstellbaren Zyklus (über eine bestimmte Anzahl von Messpunkten) automatisch erhöht.

Bei einer NMR/ON-Messung wird zu jedem Messpunkt die Hochfrequenz neu gesetzt. Die γ - oder β -Spektren werden im Allgemeinen zunächst bei frequenzmodulierter (FM) und anschließend bei unmodulierter (CW) Hochfrequenzeinstrahlung aufgenommen. Für die anderen Messtechniken sind noch einige Erweiterungen nötig, die in Abschnitt 2.1 beschrieben sind.

Es stehen verschiedene Datenaufnahmeprogramme zur Verfügung, mit denen die jeweils entsprechenden Messtechniken durchgeführt werden können. Zur Überwachung der Daten der laufenden Messung ist ein graphisches Darstellungsprogramm [Mau91] vorhanden, mit dem auch teilweise die Möglichkeit zur Online-Datenauswertung (nur NO und

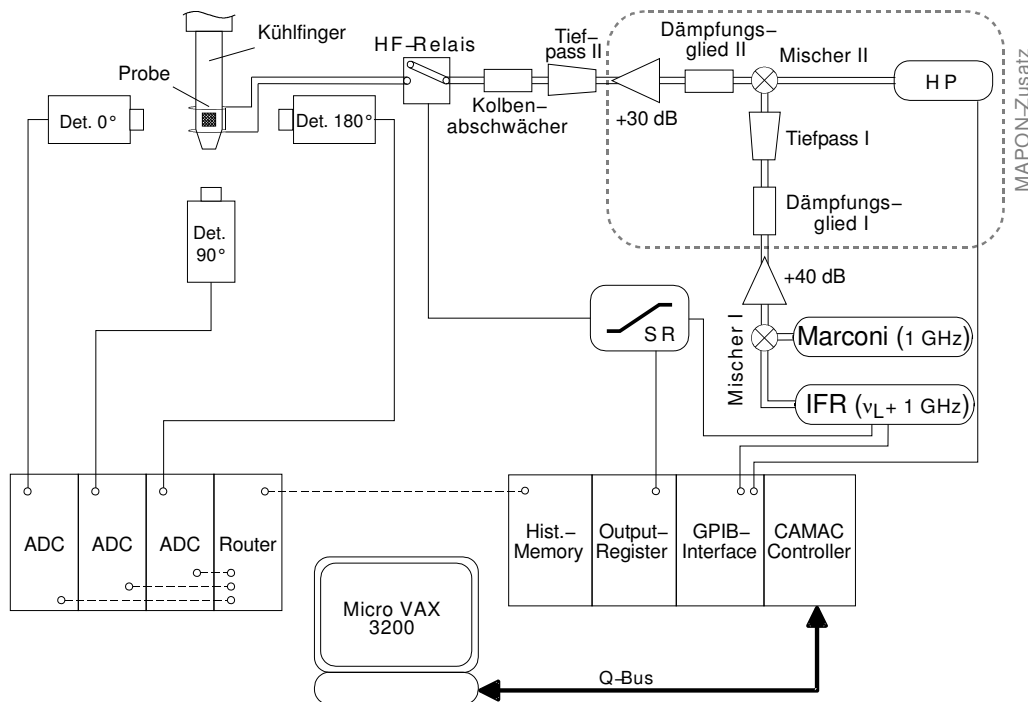


Abbildung 2.3: Das Blockdiagramm zeigt den schematischen Aufbau der Elektronik für MAPON-, AFP- und Relaxations-Messungen. Bei AFP-Messungen wird bis auf den „MAPON-Zusatz“ die gleiche Elektronik verwendet. Beim Aufbau für Relaxations-Messungen werden der MAPON-Zusatz, die Spannungsrampe (SR) und das HF-Relais nicht benötigt. „IFR“ und „Marconi“ sind die beiden HF-Generatoren, „HP“ ist der NF-Generator. Die beiden Verstärker (+30 dB und +40 dB) werden für eine ausreichende Signalstärke benötigt, da die beiden Mischer in ihrer Ausgangsamplitude beschränkt sind.

NMR/ON) gegeben ist. Die endgültige Auswertung aller Messungen wurde aber mit einem Linux-PC (siehe Kapitel 3) durchgeführt.

2.1 Hochfrequenzelektronik

Für die NMR/ON-Messungen wird die benötigte Hochfrequenz vom HF-Generator „IFR 2031“ (10 kHz – 2,7 GHz) der Firma IFR⁶ geliefert. Bei den Relaxations-Messungen wird analog zu den NMR/ON-Messungen (siehe Abschnitt 1.4) mit frequenzmodulierter (FM) und unmodulierter (CW) Hochfrequenz gearbeitet, damit keine Temperaturänderung während der Messung auftritt. Für das System $^{82}\text{BrFe}$ war auf Grund der großen Halb-

⁶Die Firma IFR wurde im Juni 2002 von der Firma Aeroflex Incorporated aufgekauft [Sto04].

wertsbreite der Resonanz (für die „kalt implantierten“ Proben) ein Modulationshub bis zu ± 6 MHz (bei einer Trägerfrequenz von $\nu_C \approx 200$ MHz) notwendig. Da der Modulationshub des vorhandenen (und ebenso des neu angeschafften IFR) HF-Generators „Marconi 2030“ der Firma Marconi Instruments⁷ nur maximal 1% der Signalfrequenz beträgt, wurde der IFR zusätzlich angeschafft. So besteht die Möglichkeit, die gewünschte Trägerfrequenz ν_C durch Amplitudenmodulation (Mischer ZFM-150 der Firma Mini Circuits Laboratory) der zwei Frequenzen $\nu_C + 1$ GHz (IFR) und 1 GHz (Marconi) mit einem nachgeschalteten Tiefpass (BLP-550 der Firma Mini Circuits Laboratory) zu erzeugen (siehe Abbildung 2.3). Dadurch beträgt der maximale Modulationshub nun $1\%(\nu_C + 1 \text{ GHz}) = 1\%\nu_C + 10 \text{ MHz}$, was ausreichend für die durchgeführten Messungen ist. Das HF-Relais und die Spannungsrampe (SR) sind für die Relaxations-Messungen nicht notwendig.

Die Hochfrequenz für einen AFP-Sweep wird auf die gleiche Weise wie bei einer Relaxations-Messung erzeugt. Der Sweep selber („das Fahren“ der Frequenz über die Resonanz) wird durch eine externe Spannungsrampe mit linearem Verlauf [Tra99, S. 20 f.] gesteuert, welche auch die Ansteuerung des HF-Relais übernimmt. Dieses wird nur während des Sweeps auf Durchgang geschaltet.

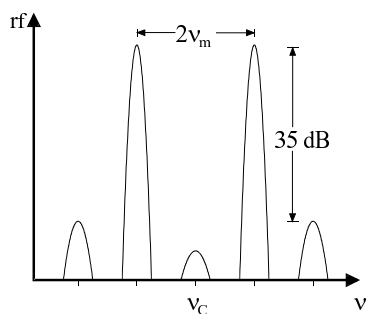


Abbildung 2.4: Unterdrückung der MAPON-Seitenbänder bei der Amplitudenmodulation.

[Sch98]) möglich ist. Ebenso wie bei der Trägerfrequenz ist ein Tiefpass (BLP-300 der Firma Mini Circuits Laboratory) nachgeschaltet, um mögliche höhere Frequenzanteile zu unterdrücken. In Abbildung 2.3 ist dieser Teil der Elektronik mit „MAPON-Zusatz“ abgegrenzt. Die hier erreichte Unterdrückung war ≥ 35 dB (siehe Abbildung 2.4).

Bei einem MAPON-Sweep müssen darüber hinaus *zwei* Frequenzen mit einem *festen Abstand* $\Delta\nu$ über die Resonanz gefahren werden. Dies wird durch Amplitudenmodulation (Mischer ZAD-1 der Firma Mini Circuits Laboratory) der Trägerfrequenz ν_C mit einer Niederfrequenz (NF) ν_{mod} des Funktionsgenerators Hewlett Packard 33120 (HP) erreicht. Die neben den beiden Frequenzbändern $\nu_C - \nu_{\text{mod}}$ und $\nu_C + \nu_{\text{mod}}$ (mit dem festen Abstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$) auftretenden weiteren Seitenbänder müssen um mindestens 30 dB unterdrückt sein, was durch eine geeignete Wahl der Hardware und der Amplituden (und einen möglichen Offset auf der NF

⁷Die Firma Marconi Instruments wurde im Februar 1998 von der Firma IFR aufgekauft [Sto04].

3 Details zur Datenauswertung

In diesem Kapitel wird auf die notwendigen Details zur Datenauswertung der verschiedenen Messmethoden eingegangen. Bei allen Methoden werden die Zählraten, gewonnen aus den γ - beziehungsweise β -Spektren, für bis zu drei Beobachtungsrichtungen in Anisotropien (oder relative Zerstörungen dieser) umgerechnet. Daran werden mit der Methode der χ^2 -Minimierung¹ die entsprechenden Theoriefunktionen angepasst, um die physikalischen Größen zu extrahieren. Deren Fehler wird um den Faktor $\sqrt{\text{red.}\chi^2}$ vergrößert, wenn $\text{red.}\chi^2 > 1$ ist, denn das reduzierte χ^2 entspricht dem Quadrat des Verhältnisses vom Streufehler zum statistischen Fehler, und die verwendeten Fitroutinen geben stets den statistischen Fehler an. Die Zählraten der Kernthermometer (⁶⁰CoCo und ⁵⁴MnNi) werden immer aus den jeweiligen γ -Spektren gewonnen. Für die Messungen im System ⁸²BrFe werden ausschließlich γ -Zerfälle beobachtet, für die im System ⁵⁹FeFe β -Zerfälle. Die Zählraten werden aus den entsprechenden Spektren gewonnen.

3.1 Zählratenbestimmung aus den γ -Spektren

Die von jedem ADC gelieferten Rohdaten (Anzahl der Ereignisse gegen Kanalnummer) werden von den Datenaufnahmeprogrammen über eine eingestellte Zeit aufsummiert² und in einem speziellen Datenformat abgespeichert, den so genannten CIX-Files (Blockformat). Aus jedem einzelnen γ -Spektrum wird für jede γ -Linie (die möglicherweise Verwendung findet) eine Zählrate ermittelt, indem die Ereignisse im Photopeak aufsummiert werden und der Untergrund³ abgezogen wird. Typische γ -Spektren zeigen die Abbildung 3.1 (System ⁸²BrFe) und Abbildung 3.2 (System ⁵⁹FeFe).

¹Methode der kleinsten Fehlerquadrate.

²Das heißt, die Ereignisse werden in Abhängigkeit von der Kanalnummer aufsummiert.

³Der Untergrund wird durch einen Polynomfit (maximal 2. Ordnung) an die Ereignisse in einem schmalen Bereich um den Photopeak ermittelt.

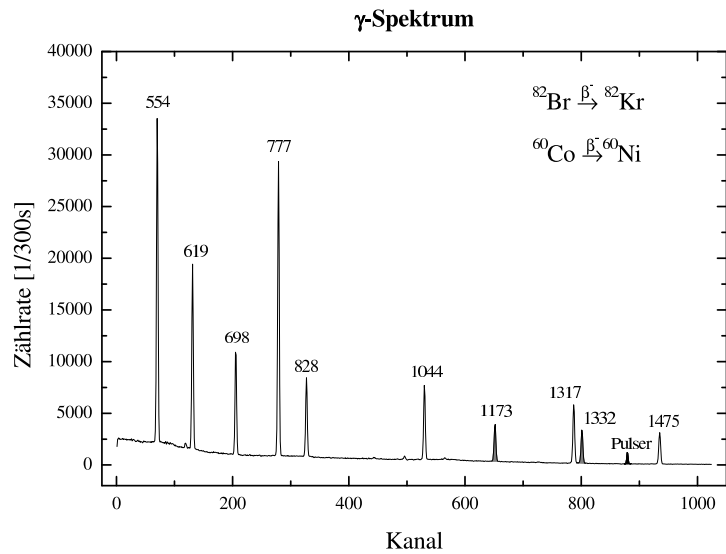


Abbildung 3.1: Typisches γ -Spektrum einer kalt implantierten $^{82}\text{BrFe}$ -Quelle (Warm-Zählraten). Die Zahlen sind die entsprechenden γ -Energien der Linien in keV (siehe Abbildungen 4.5 und 4.1). Die beiden Linien mit 1173 keV und 1332 keV stammen vom $^{60}\text{CoCo}$ -Thermometer, der „Pulser“ ist der 50 Hz-Referenzpuls. Der untere Teil des Spektrums (Compton-Untergrund) ist mit einem digitalen Offset im ADC abgeschnitten.

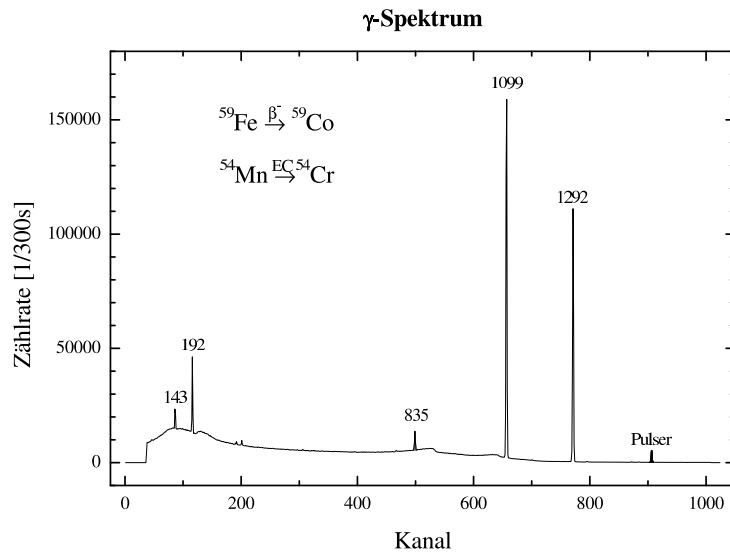


Abbildung 3.2: Typisches γ -Spektrum der $^{59}\text{FeFe}$ -Quelle (Warm-Zählraten). Die Zahlen sind die entsprechenden γ -Energien der Linien in keV (siehe Abbildungen 5.1 und 5.2). Die Linie mit 835 keV stammt vom $^{54}\text{MnNi}$ -Thermometer, der „Pulser“ ist der 50 Hz-Referenzpuls. Die restlichen Linien stammen aus dem ^{59}Fe -Zerfall.

Die so gewonnenen Zählraten müssen noch bezüglich der Totzeit des Detektors und der Lebensdauer des Mutternuklids (ist für alle verwendeten Nuklide bestens bekannt) korrigiert werden. Zur Totzeitkorrektur dient der 50 Hz-Referenzpuls („Pulser“). Bei der Fehlerrechnung ist darauf zu achten, dass die eigentliche Messgröße beim Pulser die „nicht durchgekommenen Ereignisse“ sind und nicht die im Peak registrierten.

Für starke ^{82}Br -Quellen betrug die Totzeit der Detektoren bis zu $\approx 60\%$, so dass der relative Fehler der endgültigen Zählrate durch die Totzeitkorrektur enorm anstieg (bis zum ≈ 26 -fachen des Fehlers ohne Korrektur). Gegen Ende eines Experimentes⁴ war die Aktivität auf Grund der Halbwertszeit so weit abgesunken, dass der Fehler durch die Totzeitkorrektur nicht mehr ins Gewicht fällt. Um die starke Vergrößerung des relativen Fehlers der ^{82}Br -Zählraten zu umgehen, wurde eine alternative Normierung verwendet (siehe Unterabschnitt 3.1.1), die die Zählraten auf die Lebensdauer, die Totzeit und die Messzeit pro Punkt korrigiert. Für die Linien der beiden verwendeten Kernthermometer ($^{60}\text{CoCo}$ -Thermometer bei den $^{82}\text{BrFe}$ -Messungen und $^{54}\text{MnNi}$ -Thermometer bei den $^{59}\text{FeFe}$ -Messungen) ist leider keine Alternative vorhanden, um die entsprechenden Korrekturen durchzuführen. Bei den $^{59}\text{FeFe}$ -Messungen war die Totzeit in dem Teilchendetektor für die β -Strahlung wesentlich kleiner ($\leq 2\%$), und daher reichte die Pulserkorrektur völlig aus.

3.1.1 Spezielle Normierung der ^{82}Br -Zählraten

Dieser Abschnitt befasst sich ausschließlich mit der Zählratennormierung der ^{82}Br -Linien. Während die Zählraten der NO-Messungen sowie der Messungen der Magnetisierungskurven nach dem vorher Beschriebenen korrigiert wurden (Lebensdauer- und Pulserkorrektur), wurden die Zählraten aller anderen Messmethoden nach dem im Folgenden beschriebenen Verfahren normiert.

In Tabelle 3.1 sind die stärksten Linien des ^{82}Br -Zerfalls aufgeführt. Bis auf die beiden Linien mit 828 keV und 1317 keV wurden alle zur Auswertung verwendet. Zunächst wurden diese beiden Linien auch mit ausgewertet, jedoch stellte sich heraus, dass bei beiden Linien jeweils eine Linie aus dem ^{60}Co -Zerfall die Zählratenbestimmung störte. Da die Linienintensität durch Aufsummierung der Ereignisse der entsprechenden Kanäle erfolgte und nicht durch Anpassung einer Theoriefunktion an die Linienform und Größe,

⁴Die Messungen am System $^{82}\text{BrFe}$ liefen jeweils ca. 11 Tage, was ungefähr 7 Halbwertszeiten entspricht.

E [keV]	Multipolord.	δ	$\Delta\delta$	A_2U_2	$\Delta(A_2U_2)$	A_4U_4	$\Delta(A_4U_4)$
554	E1+M2	-0,0055	0,0010	0,304097	0,001762	0,000015	0,000005
619	E2+M1	2,08	0,03	-0,659797	0,000130	0,295824	0,000053
698	E2+M1	1,73	0,01	-0,148353	0,000075	0,053591	0,000016
777	E2	0	—	-0,150631	—	0,087602	—
828	E1+M2	0,005	0,005	-0,415283	0,000623	0,000010	0,000004
1044	E2+M3	-0,007	0,007	-0,351552	0,000846	-0,126424	0,000717
1317	E2+M1	4,29	0,05	-0,441037	0,000065	0,345431	0,000008
1475	E2	0	—	-0,164356	—	—	—

Tabelle 3.1: Zerfallparameter der stärksten γ -Linien aus dem ^{82}Br -Zerfall. Der Mischungsparameter δ wurde für alle Linien aus [Däm89, S. 75] übernommen (der jeweils größere Fehler wurde verwendet). Die Produkte aus den Umorientierungskoeffizienten U_k und den Richtungskorrelationskoeffizienten A_k sind neu berechnet worden (Gleichungen 1.10 bis 1.15).

müssen benachbarte Linien bis einschließlich zum Linienfuß getrennt aufgelöst sein, um diese verwenden zu können. Dies war bei der 1317-Linie des ^{82}Br -Zerfalls und der 1332-Linie des ^{60}Co -Zerfalls nicht der Fall, wie Abbildung 3.3 zeigt. Daraus folgte auch direkt, dass die 1332-Linie des ^{60}Co -Zerfalls nicht zur Thermometrie verwendet werden konnte.

Bei der 828-Linie des ^{82}Br -Zerfalls trat teilweise ein zunächst „unerklärlicher“ niederenergetischer Linienfuß auf, der schließlich als sehr schwache Linie (826 keV) des ^{60}Co -Zerfalls (siehe komplettes Zerfallsschema in Anhang B) identifiziert werden konnte (siehe Abbildung 3.4). Somit fiel die 828-Linie des ^{82}Br -Zerfalls für die Auswertung ebenfalls weg.

Optimal zur Korrektur der Anzahl der Ereignisse N (gemessen in der Zeit τ) auf die Lebensdauer des Isotops, die Totzeit des Detektors und die Messzeit wäre eine möglichst starke *isotrope* γ -Linie des gleichen Isotops, denn die zuvor genannten Größen gehen durch einen Faktor in die Bestimmung der Anzahl der Ereignisse ein:

$$N = n \cdot \epsilon \cdot C, \quad (3.1)$$

mit

$$C = C_{T_{1/2}} \cdot (1 - C_{\text{Tot}}) \cdot \tau. \quad (3.2)$$

Dabei ist n die Zählrate zu einer beliebigen Anfangszeit ($t = 0$), ϵ die Nachweiseffizienz

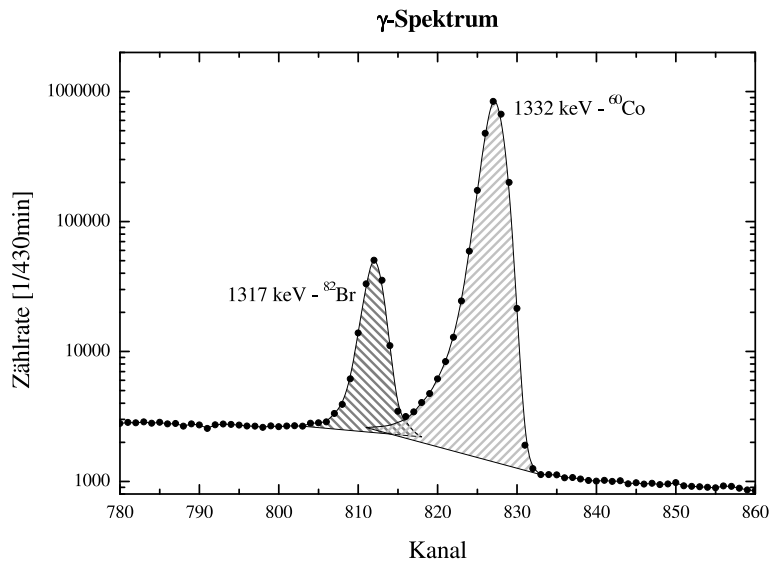


Abbildung 3.3: Überlagerung der 1317-Linie des ^{82}Br -Zerfalls mit der 1332-Linie des ^{60}Co -Zerfalls. Die durchgezogene Linie ist ein B-Spline durch die Messpunkte und keine Theoriefunktion. Die Addition des Spektrums erfolgte am Ende eines Experimentes (Warmcounts). Daher ist auf Grund der geringen Lebensdauer vom ^{82}Br die Br-Linie klein gegenüber der Co-Linie.

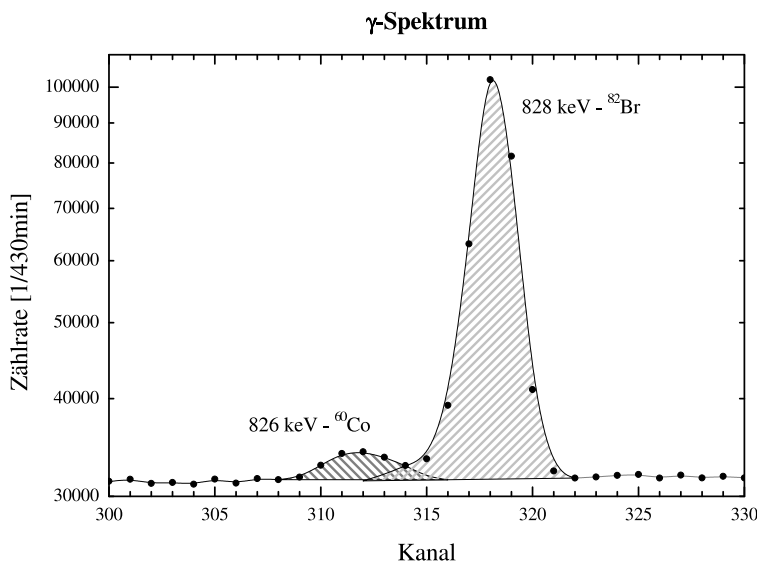


Abbildung 3.4: Überlagerung der 828-Linie des ^{82}Br -Zerfalls mit der 826-Linie des ^{60}Co -Zerfalls. Die durchgezogene Linie ist ein B-Spline durch die Messpunkte und keine Theoriefunktion. Die Addition des Spektrums erfolgte am Ende eines Experimentes (Warmcounts).

des Detektors für die entsprechende γ -Linie (abhängig von der γ -Energie der Linie),

$$C_{T_{1/2}} = e^{-\ln 2 \frac{t_1}{T_{1/2}}} - e^{-\ln 2 \frac{t_2}{T_{1/2}}} \quad (3.3)$$

die Korrektur auf die Lebensdauer $T_{1/2}$, C_{Tot} die relative Totzeit des Detektors und $\tau = t_2 - t_1$ die Messzeit. Durch Division der Ereignisse der untersuchten Linie durch die gleichzeitig gemessenen Ereignisse einer isotropen Linie würde sich die Größe C herauskürzen. Leider ist eine solche isotrope Linie, die stark genug ist, nicht vorhanden. Jedoch kann durch eine Linearkombination von drei Linien eine „virtuelle“ Zählrate erzeugt werden, deren Anisotropie gleich Null ist und somit einer isotropen Linie entspricht. Nach den Gleichungen 1.7, 1.8 und 1.24 sowie dem Zerfallsschema des ^{82}Br (Abbildung 4.5) gilt für die Anisotropie der Linie i ($AUQ_k := A_k U_k Q_k$)

$$R_i = AUQ_2(i) \cdot B_2 P_2(\cos \theta) + AUQ_4(i) \cdot B_4 P_4(\cos \theta). \quad (3.4)$$

Für die Linearkombination R_{Lin} aus den Anisotropien der drei Linien I, II und III gilt somit

$$R_{\text{Lin}} = a_I R_I + a_{II} R_{II} + a_{III} R_{III} \quad (3.5)$$

$$\begin{aligned} &= \{a_I AUQ_2(\text{I}) + a_{II} AUQ_2(\text{II}) + a_{III} AUQ_2(\text{III})\} \cdot B_2 P_2(\cos \theta) \\ &+ \{a_I AUQ_4(\text{I}) + a_{II} AUQ_4(\text{II}) + a_{III} AUQ_4(\text{III})\} \cdot B_4 P_4(\cos \theta). \end{aligned} \quad (3.6)$$

Damit die Anisotropie der Linearkombination immer gleich Null ist, müssen die Summen in den geschweiften Klammern jeweils gleich Null werden. Die Koeffizienten a_i müssen also der Gleichung

$$\begin{pmatrix} AUQ_2(\text{I}) & AUQ_2(\text{II}) & AUQ_2(\text{III}) \\ AUQ_4(\text{I}) & AUQ_4(\text{II}) & AUQ_4(\text{III}) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_I \\ a_{II} \\ a_{III} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.7)$$

genügen. Dies ist für

$$a_{II} = -a_I \frac{AUQ_2(\text{I}) - AUQ_2(\text{III}) \frac{AUQ_4(\text{I})}{AUQ_4(\text{III})}}{AUQ_2(\text{II}) - AUQ_2(\text{III}) \frac{AUQ_4(\text{II})}{AUQ_4(\text{III})}} \quad (3.8)$$

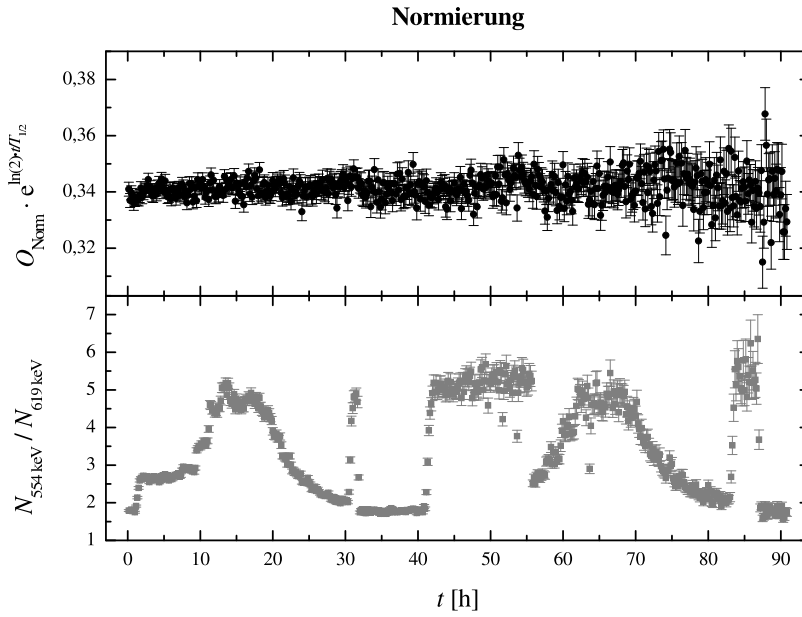


Abbildung 3.5: Beispiel für die Normierungsgröße O_{Norm} . In der oberen Hälfte ist die Normierungsgröße O_{Norm} gezeigt, wobei die Lebensdauer herausgerechnet ist. In der unteren Hälfte ist das Verhältnis der Zählraten von der 554 keV -Linie zur 619 keV -Line vom ^{82}Br -Zerfall dargestellt. Diese Größe ist unabhängig von der Lebensdauer, der Totzeit und der Messzeit pro Punkt.

und

$$a_{\text{III}} = - \frac{a_{\text{I}} AUQ_4(\text{I}) + a_{\text{II}} AUQ_4(\text{II})}{AUQ_4(\text{III})} \quad (3.9)$$

der Fall. Da a_{I} frei wählbar ist, kann immer eine Lösung gefunden werden, und nach den Gleichungen 3.5 und 1.24 gilt für die theoretischen Zählraten der Linien I, II und III

$$\begin{aligned} o_{\text{Norm}} &:= a_{\text{I}} n_{\text{K}_{\text{I}}} n_{\text{W}_{\text{II}}} n_{\text{W}_{\text{III}}} + a_{\text{II}} n_{\text{K}_{\text{II}}} n_{\text{W}_{\text{I}}} n_{\text{W}_{\text{III}}} + a_{\text{III}} n_{\text{K}_{\text{III}}} n_{\text{W}_{\text{I}}} n_{\text{W}_{\text{II}}} \\ &= (a_{\text{I}} + a_{\text{II}} + a_{\text{III}}) n_{\text{W}_{\text{I}}} n_{\text{W}_{\text{II}}} n_{\text{W}_{\text{III}}} = \text{konstant}, \end{aligned} \quad (3.10)$$

wobei „K“ bzw. „W“ für Kalt- bzw. Warmzählrate steht.

Als Normierungsgröße wird dann

$$O_{\text{Norm}} := a_{\text{I}} N_{\text{K}_{\text{I}}} N_{\text{W}_{\text{II}}} N_{\text{W}_{\text{III}}} + a_{\text{II}} N_{\text{K}_{\text{II}}} N_{\text{W}_{\text{I}}} N_{\text{W}_{\text{III}}} + a_{\text{III}} N_{\text{K}_{\text{III}}} N_{\text{W}_{\text{I}}} N_{\text{W}_{\text{II}}} \quad (3.11)$$

verwendet. Dabei werden die Ereignisse $N_{\text{K}_i} = n_i \cdot \epsilon_i \cdot C_{\text{Index}}$ gleichzeitig mit den zu normierenden Ereignissen aufgenommen (und werden selbst auch normiert) und die

$N_{W_i} = \sum_j N_{W_{ij}} = \sum_j n_{W_i} \cdot \epsilon_i \cdot C_j = n_{W_i} \cdot \epsilon_i \cdot \sum_j C_j = n_{W_i} \cdot \epsilon_i \cdot \tilde{C}$ sind die zu beliebigen Zeiten gemessenen und aufsummierten Ereignisse der Warmzählrate⁵. Diese werden nicht korrigiert, da sie sich nur durch einen konstanten Faktor von der wahren Warmzählrate unterscheiden. Somit gilt

$$O_{\text{Norm}} = (a_{\text{I}n_{\text{K}_\text{I}}} n_{W_{\text{II}}} n_{W_{\text{III}}} + a_{\text{I}n_{\text{K}_\text{II}}} n_{W_{\text{I}}} n_{W_{\text{III}}} + a_{\text{I}n_{\text{K}_\text{III}}} n_{W_{\text{I}}} n_{W_{\text{II}}}) \cdot \epsilon_{\text{I}} \epsilon_{\text{II}} \epsilon_{\text{III}} \cdot C_{\text{Index}} \tilde{C}^2 \quad (3.12)$$

Da die Korrekturgröße C_{Index} als Faktor sowohl in der gemessenen Zahl von Ereignissen N als auch in der Normierung N_{Norm} vorkommt, kürzt sich diese heraus. Die Größe $Z = N/O_{\text{Norm}}$ ist somit unabhängig von der Lebensdauer des Isotops, der Totzeit des Detektors und der Messzeit pro Punkt. Die Anisotropie wird dann gemäß der Gleichung 1.24 nach $R = Z_{\text{K}}/Z_{\text{W}} - 1$ berechnet.

Die Linearkombination wurde aus den drei Linien mit 554 keV, 777 keV und 1044 keV gebildet. Diese Linien wurden ausgewählt, da sie bei möglichst hoher Statistik einen möglichst kleinen Fehler bezüglich der Isotropie der Linearkombination aufweisen. Abbildung 3.5 zeigt exemplarisch die Normierung O_{Norm} , korrigiert auf die Halbwertszeit, um eventuelle Schwankungen besser sehen zu können, und das Verhältnis der Anzahl der Ereignisse der 554 keV-Linie und der 619 keV-Linie. Dieses Verhältnis ist sehr sensitiv auf die Anisotropie, da dies die beiden Linien mit dem größten Effekt in Bezug auf die Fehler sind und sie unterschiedliche Vorzeichen der Anisotropie haben. Des Weiteren ist dieses Verhältnis unabhängig von der Lebensdauer des Isotops, der Totzeit des Detektors und der Messzeit pro Punkt. Leider ist diese Größe für die Anpassungen der Theoriefunktionen nicht so gut geeignet, da die Theoriefunktionen deutlich komplexer werden. Dass die Normierungsgröße O_{Norm} unabhängig von der Anisotropie ist, kann sofort an Abbildung 3.5 abgelesen werden.

3.2 Zählratenbestimmung aus den β -Spektren

Im Unterschied zu den γ -Spektren wurden die β -Spektren nicht mit Ge-Detektoren, sondern mit PIN-Dioden aufgenommen. Ein typisches β -Spektrum zeigt Abbildung 3.6. Die

⁵ C_j hängt für die verwendeten ADC's nicht von i ab. Die Nachweiswahrscheinlichkeiten ϵ_i für die drei Linien sind i. a. unterschiedlich, jedoch taucht in Gleichung 3.11 bei jedem Summanden nur ihr konstantes Produkt auf.

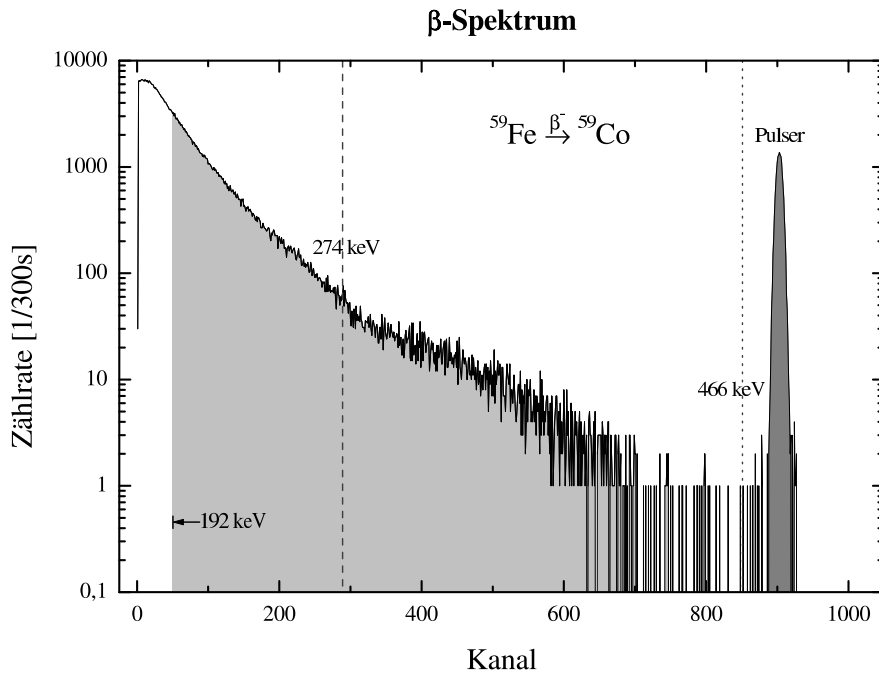


Abbildung 3.6: Typisches β -Spektrum einer ^{59}Fe -Quelle (Warm-Zählraten). Die Energien an den senkrechten Linien sind die Maximalenergien der beiden hauptsächlich auftretenden Zweige des β -Zerfalls im ^{59}Fe . Die hellgrau unterlegte Fläche (192 keV bis 466 keV) ist der Bereich des β -Spektrums, aus dem durch Integration aller Ereignisse die Zählrate gewonnen wird. Die dunkelgrau gezeichnete Fläche ist der 50 Hz-Referenzpuls.

Aufsummierung der Rohdaten erfolgte analog zu denen der γ -Spektren. Die β -Zählrate wurde durch Aufsummierung aller Kanalinhalt von Kanal 50 (≈ 192 keV) bis Kanal 850 (≈ 466 keV) gewonnen. Die Energieumrechnung wurde mit Hilfe der Verstärkungsfaktoren von Vorverstärker und Hauptverstärker sowie der Energieauflösung des ADC's durchgeführt. Die Maximalenergien der beiden hauptsächlich auftretenden Zweige des β^- -Zerfalls vom ^{59}Fe sind 274 keV und 466 keV (siehe Abbildung 5.1) und liegen somit im Integrationsbereich für die Zählraten. Die gewichtete mittlere β -Energie im Integrationsbereich beträgt $\overline{E}_\beta = 212,65$ keV, was einer relativen Geschwindigkeit von $\overline{\beta} = \overline{(v/c)} = 0,708$ entspricht (c ist die Vakuumlichtgeschwindigkeit). Die durch Aufsummierung ermittelte Anzahl der Ereignisse wurde jeweils mit Hilfe des Referenzpulses auf die Totzeit des Detektors korrigiert. Eine Korrektur bezüglich der Lebensdauer des ^{59}Fe -Isotops wurde nur bei den NO-Messungen durchgeführt. Auf Grund der relativ großen Halbwertszeit $T_{1/2} (^{59}\text{Fe}) \approx 44,5$ d kann bei den restlichen Messungen auf eine solche Korrektur innerhalb einzelner Messreihen verzichtet werden.

3.3 Demagnetisierungsfelder

Die Demagnetisierungsfelder spielen nur für die Messungen am $^{82}\text{BrFe}$ eine Rolle, denn für die $1\ \mu\text{m}$ dünnen Folien der $^{59}\text{FeFe}$ -Messungen sind die Demagnetisierungsfelder kleiner als $1\ \text{mT}$ und somit vernachlässigbar klein. Für die bei den $^{82}\text{BrFe}$ -Messungen verwendeten ca. $1\ \text{mm}$ dicken Fe-Einkristalle sind die Demagnetisierungsfelder entsprechend deutlich größer.

Die analytische Berechnung von Demagnetisierungsfeldern ist nur für bestimmte Probenformen möglich (z. B. Ellipsoid [Os45] oder Quader [JS65]). Da die verwendeten Fe-Einkristalle keiner dieser Formen entsprechen, mussten die Demagnetisierungsfelder numerisch berechnet werden. Dazu wurde das Programm GFUN⁶ [NTT72] verwendet.

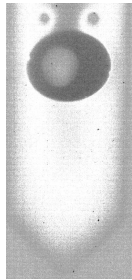


Abbildung 3.7: Radiographie (Negativ) der bestrahlten Probe vom Experiment #306 (Kalt-Implantation, [111]-Richtung). Der Strahlfleck ist als heller Fleck auf dem ellipsenförmigen Fe-Einkristall (dunkle Fläche) zu erkennen. Der helle Hintergrund ist der "Belichtungsschatten" des Kühlfingers.

Die Probenformen müssen in Hexaeder unterteilt und die Eckpunkte in das Programm eingegeben werden. Dieses unterteilt die Hexaeder weiter in Tetraeder, berechnet für jedes Tetraeder das Demagnetisierungsfeld und setzt daraus das Demagnetisierungsfeld der gesamten Probe zusammen.

Mittels einer Radiographie wurde nach jedem Experiment die exakte Position und Größe des Strahlflecks auf dem Einkristall bestimmt (Abbildung 3.7 zeigt exemplarisch eine solche Radiographie). Das Demagnetisierungsfeld dieser elliptischen Fläche wird in einer Tiefe von $30\ \text{nm}$, was der ungefähren

Implantationstiefe der ^{82}Br -Ionen bei $80\ \text{keV}$ Implantationsenergie entspricht [Däm89, S. 39], berechnet (Abbildung 3.8). Aus der daraus resultierenden Verteilung des Demagnetisierungsfeldes wird ein gewichteter Mittelwert gebildet und der Fehler mit $0,05\ \text{kG}$ abgeschätzt (Abbildung 3.9). Dabei wird bis auf einen Fall⁷ vereinfachend von einer

⁶Vielen Dank an E. ZECH von der Kernorientierungsgruppe der TU-München, der das Programm zur Verfügung stellte und in gemeinsamer Arbeit das Programm durch diverse Modifikationen auf einem Linux-PC lauffähig machte.

⁷Beim Experiment #304 (Kalt-Implantation, [100]-Richtung) wurde der Strahlfleck aus zwei Ellipsen zusammengesetzt und deren relative Stärke grob abgeschätzt.

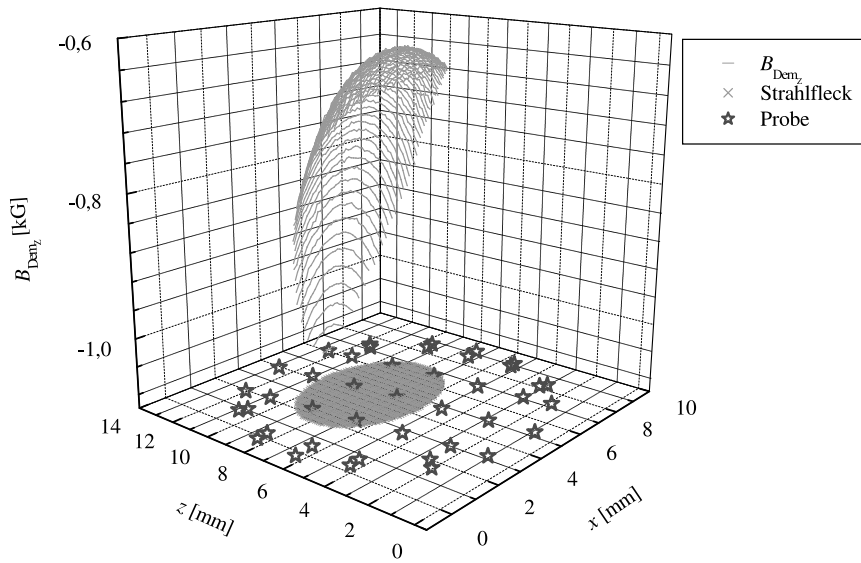


Abbildung 3.8: Demagnetisierungsfelder der Probe vom Experiment #306 (Kalt-Implantation, [111]-Richtung). Die Sterne entsprechen den im Text erwähnten Eckpunkten der Hexaeder auf der Probenoberfläche. Der Strahlfleck ist der grau unterlegte Bereich, für den die Demagnetisierungsfelder berechnet worden sind.

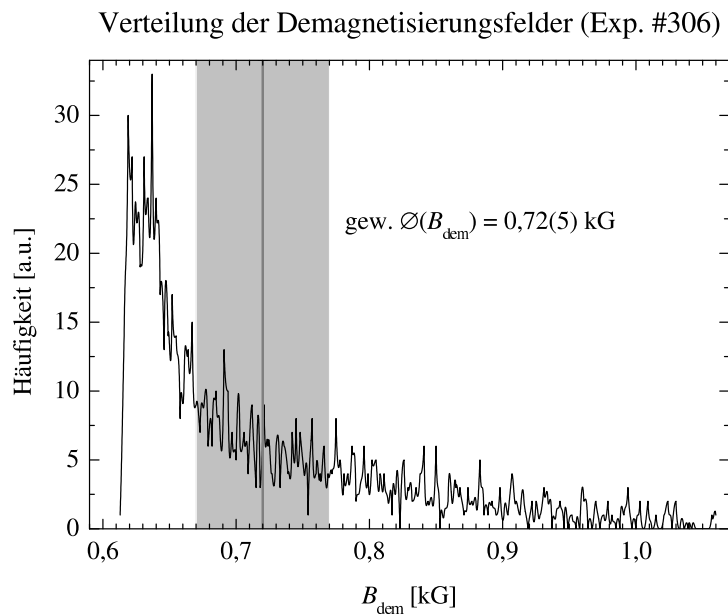


Abbildung 3.9: Die Verteilung des Demagnetisierungsfeldes des Implantationsbereichs der Probe vom Experiment #306 (Kalt-Implantation, [111]-Richtung) resultiert aus den in Abbildung 3.8 dargestellten Berechnungen. Der gewichtete Mittelwert ist als senkrechter Strich eingezeichnet. Der abgeschätzte Fehlerbereich ist hellgrau unterlegt.

einheitlichen Dosisverteilung innerhalb des Strahlflecks ausgegangen. Das externe Magnetfeld wird dann um den Mittelwert des Demagnetisierungsfeldes korrigiert.

3.4 NO

Bei den NO-Messreihen wurden jeweils zu Beginn und am Ende Warmzählraten aufgenommen, um eventuelle Verschiebungen zu erkennen. Dazu wurde mit Hilfe der Automatischen-Mischkammer-Heizung (siehe Kapitel 2) die Proben temperatur durch schrittweises Aufwärmen der Mischkammer variiert. Jede Temperaturstufe wurde so breit gewählt, dass sich ein thermisches Gleichgewicht einstellen konnte. Zur Auswertung wurden dann nur Messpunkte, die in diesem thermischen Gleichgewicht liegen, verwendet. Für jede untersuchte Probe wurde eine solche NO-Messreihe am Ende des jeweiligen Experimentes durchgeführt, denn die Kenntnis der genauen Parameter zur Berechnung der Anisotropie ist für die Auswertung der Messungen mit anderen Messmethoden notwendig.

Für die $^{82}\text{BrFe}$ -Proben werden alle NO-Daten mit dem Zweifrequenzmodell ausgewertet. Frühere Messungen haben schon gezeigt, dass die Auswertung mit dem einfachen Zweigitterplatzmodell nicht ausreicht [Däm89] und die Daten nur mangelhaft beschrieben werden. Bei dem Zweifrequenzmodell (Gleichung 1.26)

$$R(\theta, T) = f_{\text{NMR}} R_{\text{NMR}}(\theta, T) + f_{\text{NO}} R_{\text{NO}}(\theta, T) \quad (3.13)$$

($f_{\text{NO}} = f_{\text{NMR}} - 1$) wird die gewichtete Mittenfrequenz aus der mittels NMR/ON erhaltenen Frequenzverteilung festgehalten. Da NO eine integrale Messmethode ist, reicht es aus, die gewichtete Mittenfrequenz der „NMR/ON-Frequenzverteilung“ zu verwenden und nicht die ganze Verteilung. Als Fitparameter stehen somit die in Tabelle 3.2 aufgeführten Größen zur Verfügung. Die Frequenz ν_{NO} ist als gewichteter Mittelwert über die Frequenzen, die zusätzlich neben den aus den NMR/ON-Messungen bekannten Frequenzen vorhanden sind, zu verstehen. Der Winkel α beschreibt die Abweichung der Magnetisierung von der Beobachtungsrichtung des Detektors, welche für jeden Datensatz fest vorgegeben wird. Die vorhandenen Quadrupolaufspaltungen (siehe Abschnitt 4.7) sind so klein, dass sie keine signifikante Änderung am Verlauf der Anisotropie hervorrufen und somit für die NO-Daten vernachlässigt werden können. Die Theoriefunktionen der verschiedenen Datensätze für die bis zu drei Detektoren (je sechs Linien) werden

Fitparameter	Bedeutung
f_{NMR}	Anteil der Anisotropie mit der „NMR/ON-Frequenz“
ν_{NMR}	„NMR/ON-Frequenz“: gewichtete Mittenfrequenz der „NMR/ON-Verteilung“
ν_{NO}	mittlere zweite Frequenz des Zweifrequenzmodells
α	Winkelabweichung von der Beobachtungsrichtung

Tabelle 3.2: Fitparameter des Zweifrequenzmodells für die NO-Daten. Der Winkel α beschreibt die Abweichung der Magnetisierung vom externen Magnetfeld. Die aus den NMR/ON-Messungen gewonnene Frequenz ν_{NMR} wurde festgehalten.

simultan angepasst.

3.5 Magnetisierungskurven

Zur Bestimmung der Magnetisierungskurven wurde die Anisotropie in Abhängigkeit vom externen Magnetfeld gemessen. Als charakteristische Größe wird der Winkel α zwischen der Magnetisierung der Probe und dem externen Magnetfeld angegeben. Die Lage der Magnetisierung wird durch Anpassung einer Theoriefunktion an die Anisotropien der verschiedenen Linien der bis zu drei Detektoren ermittelt. Dazu werden die Parameter der NO-Daten auf dem Hochfeldwert festgehalten, und nur der Winkel α wird variiert.

3.6 NMR/ON

Zur Ermittlung der Frequenzverteilung wird die relative Zerstörung der Anisotropie aus den gemessenen Zählraten nach Gleichung 1.52 berechnet. Dazu wurden die Zählraten zunächst mit Modulation in Abhängigkeit von der Frequenz ν gemessen und anschließend ohne Modulation. Aus den relativen Zerstörungen der Anisotropie der einzelnen Linien und Detektoren wird ein mit dem Fehler der einzelnen Punkte gewichteter Mittelwert gebildet. Dabei wird davon ausgegangen, dass der relative Effekt der verschiedenen Linien identisch ist. Die Hyperfeinfeldverteilung wird als gaußförmig angenommen, und

somit lautet die Theoriefunktion [Sto86, S. 664] für eine solche Verteilung

$$S(\nu) = \int_{\nu-\nu_{\text{Hub}}}^{\nu+\nu_{\text{Hub}}} G(\nu') d\nu' + \frac{1 - e^{-\tau/T_1'}}{\tau/T_1'} \sum_{j=1}^n e^{-(j-1)\tau/T_1'} \int_{\nu-\nu_{\text{Hub}}-j\Delta_S}^{\nu+\nu_{\text{Hub}}-j\Delta_S} G(\nu') d\nu'. \quad (3.14)$$

Hierbei wird die Relaxation des untersuchten Systems berücksichtigt und die Tatsache, dass sich bei der Frequenzmodulation die involvierten Frequenzbereiche benachbarter Messpunkte überlagern können. Dabei ist $G(\nu)$ die Gaußverteilung, ν_{Hub} der Modulationshub (Modulationsamplitude der Frequenzmodulation), τ die Messzeit pro Punkt, T_1' die effektive Relaxationszeit, Δ_S die Frequenzschrittweite und n die bis zu dem Messpunkt durchgeführten Frequenzschritte.

Die Hyperfeinfeldverteilung kann sich auch aus mehreren Gaußkurven

$$G_i(\nu) = 2\sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \frac{A_i}{\Gamma_i} e^{-\left(2\sqrt{\ln 2} \frac{\nu-\nu_i}{\Gamma_i}\right)^2} \quad (3.15)$$

(beim $^{82}\text{BrFe}$ bis zu zwei) zusammensetzen, wobei dann über die entsprechenden $S_i(\nu)$ summiert werden muss. Des Weiteren kann noch ein linearer Untergrund⁸

$$u = c_0 + c_1 \cdot \nu \quad (3.16)$$

hinzukommen. Tabelle 3.3 zeigt die zur Verfügung stehenden Fitparameter bei einer NMR/ON-Theoriefunktion. Das Verhältnis der Messzeit pro Punkt zur effektiven Relaxationszeit τ/T_1' wird bei den Auswertungen jedoch nicht mit angepasst. T_1' wird direkt aus den Relaxationsmessungen entnommen und auf diesem Wert festgehalten.

3.7 Relaxation

Um den reinen Spin-Gitter-Relaxationsprozess zu erhalten, wurden die Relaxationsmessungen bei frequenzmodulierter und unmodulierter Frequenzeinstrahlung durchgeführt. Zunächst wurden einige Messpunkte bei Einstrahlung der unmodulierten Frequenz aufgenommen. Anschließend wurde die Frequenzmodulation eingeschaltet (mit einem Modu-

⁸Prinzipiell ist auch ein Polynom höherer Ordnung möglich. Jedoch zeigen die Messungen, dass ein Polynom erster Ordnung völlig ausreichend ist, um die Daten zu beschreiben.

Fitparameter	Bedeutung
A_i	Fläche der Gaußkurve i , entspricht der gesamten relativen Zerstörung der i -ten Verteilung
ν_i	Mittenfrequenz der i -ten Verteilung
Γ_i	Halbwertsbreite der i -ten Verteilung
τ/T_1'	Verhältnis der Messzeit pro Punkt zur effektiven Relaxationszeit
c_0	konstanter Offset
c_1	linearer Offset $c_1 \cdot \nu$

Tabelle 3.3: Fitparameter der NMR/ON-Theoriefunktion.

lationshub, der die gesamte Verteilung⁹ umfasst) und erst nach Erreichen der Sättigung¹⁰ der Zerstörung der Anisotropie wieder ausgeschaltet. Der Messzyklus wurde so lang gewählt, dass das System in die Gleichgewichtsanisotropie zurückrelaxieren konnte. Dieser Durchgang wurde mehrfach wiederholt und die Zählraten wurden entsprechend aufsummiert. Bevor die Zählraten abgespeichert wurden, wurden einige Messzyklen durchgeführt, damit sich ein thermisches Gleichgewicht einstellen konnte. Die kontinuierliche Einstrahlung der Frequenz verhindert ein thermisches Relaxieren, und somit ist die Relaxation allein durch die Spin-Gitter-Relaxation¹¹ bestimmt. Die Theoriefunktion (nach Abschnitt 1.3) wird simultan an alle Anisotropien angepasst. Da die Absolutwerte der Anisotropien hier keine entscheidende Rolle spielen, werden die Anisotropien nicht aus den Warmzählraten, sondern aus der Temperatur, den NO-Daten und den Zählraten im thermischen Gleichgewicht berechnet¹². Dadurch wird die Streuung der Absolutwerte eliminiert, und so kommt nur der relative Verlauf der Anisotropien zum Tragen. Tabelle 3.4 zeigt die Fitparameter der Relaxation-Theoriefunktion. Zur Ermittlung der effektiven Relaxationszeit T_1' werden die relativen Zerstörungen der Anisotropien berechnet und gewichtet aufsummiert. An die Daten wird eine einfache Exponentialfunktion angepasst. Als Startpunkt (Nullpunkt) wird das Abschalten der Modulation gewählt, die Punkte in der Sättigung der relativen Zerstörung der Anisotropie werden mitverwendet,

⁹Genauer gesagt, die gesamte „NMR-Verteilung“. Also die Verteilung, die mit den NMR/ON-Messungen ermittelt wurde und nicht der NO-Anteil.

¹⁰In einigen Fällen war dies nur annähernd der Fall.

¹¹In Abschnitt 1.3 ist erläutert, warum die Spin-Spin-Relaxation vernachlässigbar ist.

¹²Eine andere Möglichkeit wäre gewesen, die Theoriefunktion für die relative Zerstörung der Anisotropie und nicht für die Anisotropie selber zu programmieren. Dies hätte aber einen deutlichen Mehraufwand bedeutet, jedoch keine Zusatzinformation geliefert.

Fitparameter	Bedeutung
C_K	Korringakonstante
w_{rf}	effektive Hochfrequenzleistung
\mathcal{A}	Anteil der „NMR-Kerne“, die in der Sättigung resonieren.

Tabelle 3.4: Fitparameter der Relaxation-Theoriefunktion.

um den Startwert zu bestimmen.

3.8 AFP

Bei der Auswertung der AFP-Daten kommt es wie bei den Relaxationsdaten nicht auf die Absolutwerte der Anisotropien an, sondern auf deren relativen Verlauf. Die Anisotropien werden daher auf die gleiche Weise wie die bei den Relaxationsdaten berechnet.

Der Verlauf der Anisotropie nach einem AFP-Sweep ist nur auf das Vorzeichen einer vorhandenen Quadrupolaufspaltung empfindlich und nicht auf die Form der Verteilung. Bei sehr breiten Quadrupolaufspaltungsverteilungen sind Anteile mit beiden Vorzeichen vorhanden. Somit setzt sich die Anisotropie aus zwei Anteilen zusammen: der Anisotropie der Kerne mit positiver und der mit negativer Quadrupolaufspaltung.

Die Veränderungen der Besetzungswahrscheinlichkeiten durch den AFP-Sweep werden mit Hilfe der Gleichung 1.62 unter Vernachlässigung einer Relaxation während des Sweeps berechnet. Der „reduzierte Adiabatische Parameter“ geht dabei als Fitparameter ein. Mit Hilfe des Relaxationsmechanismus aus Abschnitt 1.3 wird der Verlauf der Post-Passage-Anisotropie bis zum thermischen Gleichgewicht bestimmt. Als weiterer Fitparameter geht der Anteil der Kerne mit positiver Quadrupolaufspaltung $A_{\Delta\nu_Q>0}$ mit in die Theoriefunktion ein, der die beiden Anteile der verschiedenen Vorzeichen der Quadrupolaufspaltung berücksichtigt. Da eine kurzzeitige Erwärmung der Probe während des Sweeps nicht ganz auszuschliessen ist, wird ein weiterer Fitparameter eingeführt: die Temperatur T_E . Das Kernthermometer zeigte zwar beim System $^{82}\text{BrFe}$ in keinem der untersuchten Fälle eine Erwärmung, jedoch ist Folgendes zu beachten:

Fitparameter	Bedeutung
C_K	Korringakonstante
A	reduzierter adiabatischer Parameter
$A_{\Delta\nu_Q>0}$	Anteil der „NMR-Kerne“ mit positiver Quadrupolspaltung
A_{Sweep}	Anteil der „NMR-Kerne“, die im Sweepbereich liegen
T_E	Erwärmung während des Sweeps

Tabelle 3.5: Fitparameter der AFP-Theoriefunktion.

Wenn sich die Probe durch die Hochfrequenzeinstrahlung lokal erwärmt, beschränkt sich dies im Wesentlichen auf das Volumen, in dem die Hochfrequenz absorbiert wird. Dies ist beim $^{82}\text{BrFe}$ durch den Skinneffekt auf die Oberfläche bis zu einer Tiefe von $\approx 0,26(10)\ \mu\text{m}$ (bei ca. 202 MHz und $\mu(\text{Fe}) = 1000$ bis 5000) beschränkt. Somit liegen alle implantierten Kerne in diesem Bereich (Implantationstiefe ca. 30 nm, siehe Abschnitt 3.3) und erfahren die Erwärmung, während die radioaktiven Kerne des Kernthermometers über das gesamte Volumen verteilt sind (der Co Einkristall, der als Thermometer dient, ist ca. 1 mm tief und wurde durch Neutronenbestrahlung aktiviert) und daher nur ein Bruchteil der Kerne diese Erwärmung „spürt“.

Da eine Temperaturdrift während der Umbesetzungen nur schwer zu berechnen ist, wird die mögliche Erwärmung so berücksichtigt, dass nicht die Besetzungswahrscheinlichkeiten entsprechend der Gleichgewichtstemperatur T_{eq} , sondern entsprechend der Temperatur $T_{\text{eq}} + T_E$ invertiert werden. Falls die Verteilung der Frequenzen über den Sweepbereich hinausgeht, reduziert sich die relative Zerstörung der Anisotropie entsprechend. Dies wird durch den Parameter A_{Sweep} berücksichtigt, der dem Anteil der „NMR-Kerne“, die im Sweepbereich liegen, entspricht. In Tabelle 3.5 sind die AFP-Fitparameter zusammengefasst. Die Theoriefunktion wird an alle Anisotropien der verschiedenen Linien und Beobachtungsrichtungen simultan angepasst.

3.9 MAPON

Bei den MAPON-Messungen wird die relative Zerstörung der Anisotropie in Abhängigkeit von dem Frequenzabstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$ der beiden Seitenbänder gemessen. Ein

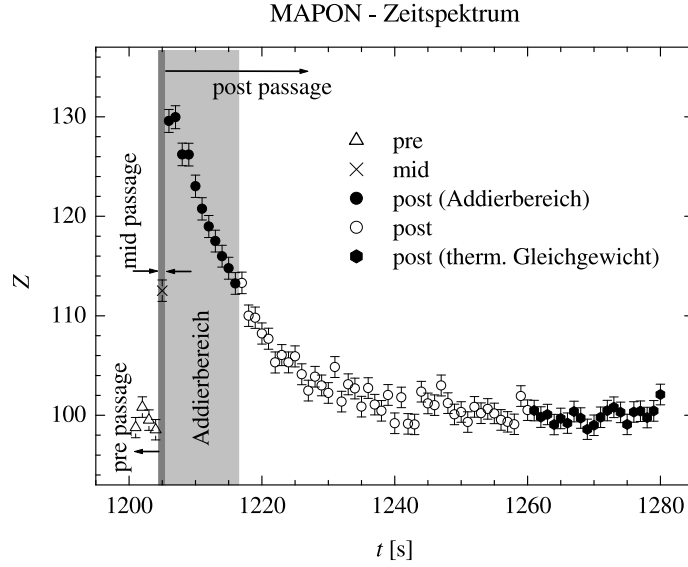


Abbildung 3.10: Beispiel für ein MAPON-Zeitspektrum. Gezeigt ist der Ausschnitt aus der Abbildung 3.11 mit $\Delta\nu = 55$ kHz. Der Addierbereich im post passage Bereich ist hellgrau unterlegt. Der hier sehr schmale mid passage Bereich ist dunkelgrau unterlegt. Die vollen Punkte sind die, die zur Berechnung des MAPON-Signals verwendet wurden.

MAPON-Zeitspektrum für *eine* Modulationsfrequenz besteht aus drei Bereichen: *pre*, *mid*, und *post passage* (siehe Unterabschnitt 1.5.2). Exemplarisch ist ein solches MAPON-Zeitspektrum für die normierte Zählrate Z der 619 keV-Linie des ^{82}Br in Abbildung 3.10 gezeigt.

Die relative Zerstörung der Anisotropie wird aus dem Mittelwert der Zählraten im Addierbereich Z_{post} , dem Mittelwert der Zählraten im thermischen Gleichgewicht Z_{eq} und den Warmzählraten Z_{w} nach

$$M = \frac{Z_{\text{post}} - Z_{\text{eq}}}{Z_{\text{w}} - Z_{\text{eq}}}$$

(siehe Gleichung 1.67) berechnet. Dabei werden für das thermische Gleichgewicht die Zählraten am Ende des post passage Bereiches verwendet, da dort mehr Punkte im Gleichgewicht liegen als im pre passage Bereich. So kann der Fehler des Mittelwertes auf Grund der höheren Statistik reduziert werden. Die Breite des Addierbereiches kann frei gewählt werden, sollte aber innerhalb eines Experimentes nicht variiert werden. Diese Breite wird für jedes Experiment neu bestimmt und so gewählt, dass das MAPON-Spektrum den größten Effekt in Bezug auf die Fehler zeigt. Eine komplette MAPON-Zählratendatei (siehe Abbildung 3.11) enthält für jede Modulationsfrequenz

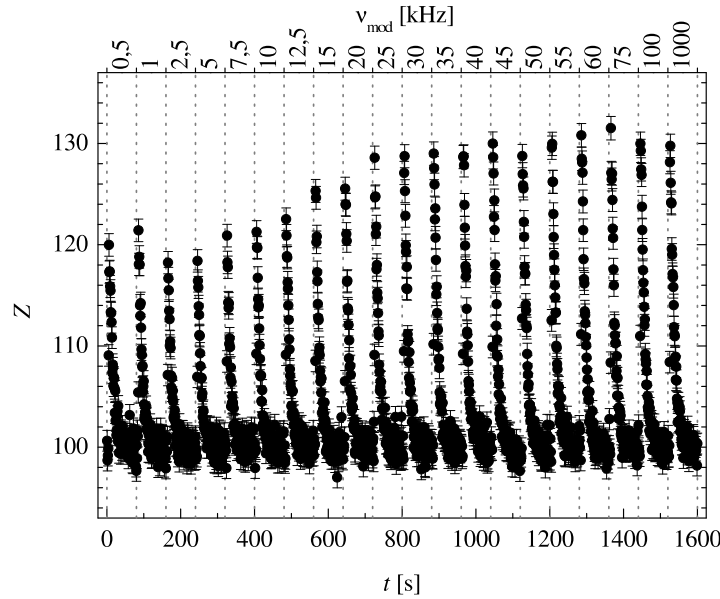


Abbildung 3.11: Die MAPON-Zählratendatei zeigt die normierte Zählrate für die 619 keV-Linie des ^{82}Br (Sweep UP, Beobachtungsrichtung $\theta = 0^\circ$) aus dem Experiment #308 (warm implantiert, [110]-Richtung).

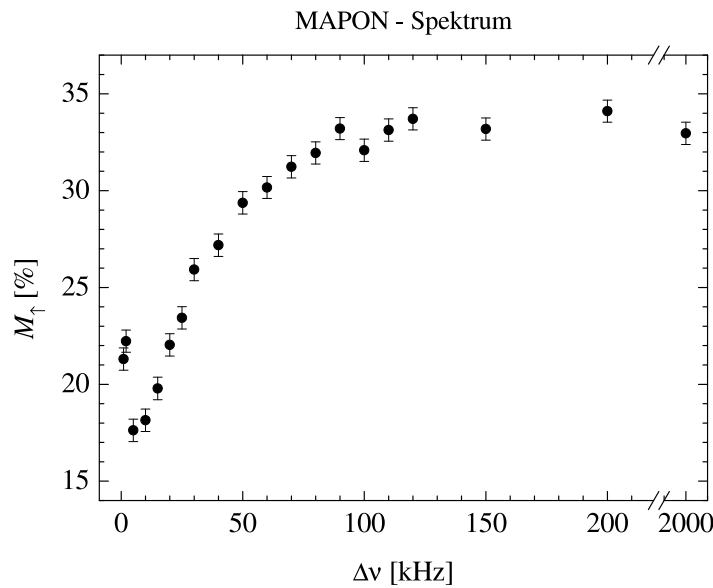


Abbildung 3.12: Gezeigt ist das aus der Zählratendatei aus Abbildung 3.11 resultierende MAPON-Spektrum. Es stellt die unterschiedlich gewichtete Summe der Integrale über die Quadrupolaufspaltungsverteilung für positive und negative Frequenzen dar. Der Anstieg des MAPON-Signals zu niedrigen Frequenzen hin wird durch die Überlagerung der beiden Sweepfrequenzen verursacht (siehe Abbildung 3.13).

ein MAPON-Zeitspektrum. Die Spektren wurden mit fortlaufender Modulationsfrequenz direkt nacheinander gemessen. Wie auch bei den Relaxations- und AFP-Messungen wurden zunächst einige „Warmup-Cycles“ durchgeführt und anschließend die Zählratendateien mehrerer Durchgänge aufsummiert, bevor die Daten abgespeichert wurden. Aus jedem Zeitspektrum wird die relative Zerstörung der Anisotropie berechnet und ergibt, aufgetragen gegen den Frequenzabstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$, das MAPON-Spektrum. Abbildung 3.12 zeigt das von der Zählratendatei aus Abbildung 3.11 gewonnene MAPON-Spektrum.

Das MAPON-Spektrum stellt bis auf einen Faktor \mathcal{C} das Frequenzintegral über die Quadrupolaufspaltungsverteilung dar, wobei bei einem Sweep UP (ansteigende Frequenzen) bzw. Sweep DOWN (abnehmende Frequenzen) nicht nur der negative bzw. positive Anteil der Verteilung integriert wird, sondern auch der Anteil mit dem jeweils anderen Vorzeichen (siehe Unterabschnitt 1.5.3). Setzt sich die Quadrupolaufspaltungsverteilung $V(\nu)$ aus n Gaußkurven

$$G_{Q_i}(\nu) = 2\sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \frac{A_i}{\Gamma_{Q_i}} e^{-\left(2\sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \frac{\nu - \Delta\nu_{Q_i}}{\Gamma_i}\right)^2} \quad (3.17)$$

zusammen, gilt für die gesamte Verteilung

$$V(\nu) = \sum_{i=1}^n G_{Q_i}(\nu). \quad (3.18)$$

Mit den Integralen über die positiven bzw. negativen Anteile der gesamten Verteilung der Quadrupolaufspaltung

$$\mathcal{M}_{\uparrow}(\Delta\nu) := \int_{-\Delta\nu}^0 V(\nu) d\nu \quad (3.19)$$

$$\mathcal{M}_{\downarrow}(\Delta\nu) := \int_0^{\Delta\nu} V(\nu) d\nu \quad (3.20)$$

gilt für die MAPON-Signale $M_{\uparrow}(\Delta\nu)$ (Sweep UP) und $M_{\downarrow}(\Delta\nu)$ (Sweep DOWN)

$$M_{\uparrow}(\Delta\nu) = \mathcal{C} \cdot \{\mathcal{M}_{\uparrow}(\Delta\nu) + \mathcal{B} \cdot \mathcal{M}_{\downarrow}(\Delta\nu)\} + c_{\uparrow} \quad (3.21)$$

$$M_{\downarrow}(\Delta\nu) = \mathcal{C} \cdot \{\mathcal{B} \cdot \mathcal{M}_{\uparrow}(\Delta\nu) + \mathcal{M}_{\downarrow}(\Delta\nu)\} + c_{\downarrow}. \quad (3.22)$$

Dabei ist \mathcal{B} der Faktor mit dem der Anteil mit dem „anderen Vorzeichen“ gemessen

wird. c_{\uparrow} und c_{\downarrow} sind konstante Offsets, die z. B. durch ein leichte Erwärmung der Probe oder eine unvollständige Inversion der Besetzungszahlen während des Sweeps verursacht werden können.

Um die Unsicherheit durch den Faktor \mathcal{B} zu eliminieren, wird das arithmetische Mittel der beiden MAPON-Signale $M_{\uparrow}(\Delta\nu)$ und $M_{\downarrow}(\Delta\nu)$

$$\begin{aligned} M(\Delta\nu) &= \frac{1}{2} [M_{\uparrow}(\Delta\nu) + M_{\downarrow}(\Delta\nu)] \\ &= \frac{\mathcal{C}(1+\mathcal{B})}{2} \cdot \{\mathcal{M}_{\uparrow}(\Delta\nu) + \mathcal{M}_{\downarrow}(\Delta\nu)\} + \frac{c_{\uparrow} + c_{\downarrow}}{2} \\ &= \frac{\mathcal{C}(1+\mathcal{B})}{2} \cdot \left\{ \int_{-\Delta\nu}^{\Delta\nu} V(\nu) d\nu \right\} + c \end{aligned} \quad (3.23)$$

gebildet und weiter ausgewertet.

Für sehr kleine Abstände $\Delta\nu$ spielt das Power Broadening (siehe Abschnitt 1.4) eine entscheidende Rolle. Kommt der Abstand $\Delta\nu$ der beiden Seitenbänder in die Nähe der homogenen Verbreiterung (beim $^{82}\text{BrFe}$ und $^{59}\text{FeFe}$ praktisch nur durch das Power Broadening verursacht), findet für einen Teil der Kerne kein MAPON-Sweep (zwei unabhängige Inversionen der Besetzungswahrscheinlichkeiten) mehr statt, sondern es findet in dem Bereich der Überlappung ein AFP-Sweep statt, welcher ein größeres und von dem Frequenzabstand $\Delta\nu$ unabhängiges Signal verursacht. Zur Bestimmung des Anteils des „AFP-Signals“ an dem MAPON-Spektrum wird eine gaußförmige Verbreiterung durch das Power Broadening angenommen (siehe Abbildung 3.13). Der überlappende Anteil der auf Eins normierten Gaußkurve beträgt $1 - \text{erf}\left(\sqrt{\ln 2} \frac{\Delta\nu}{\Gamma_{\text{PB}}}\right)$ und entspricht somit dem Anteil des AFP-Signals (siehe Abbildung 3.14). Dabei ist Γ_{PB} die Halbwertsbreite und $\text{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-t^2} dt$ die Error-Funktion. Daraus ergibt sich für das MAPON-Spektrum die Theoriefunktion

$$\begin{aligned} M(\Delta\nu) &= c + \left[1 - \text{erf}\left(\sqrt{\ln 2} \frac{\Delta\nu}{\Gamma_{\text{PB}}}\right) \right] \mathcal{A}_{\text{AFP}} + \text{erf}\left(\sqrt{\ln 2} \frac{\Delta\nu}{\Gamma_{\text{PB}}}\right) \\ &\quad \cdot \sum_{i=1}^n \frac{A_i}{2} \left[\text{erf}\left(2\sqrt{\ln 2} \frac{\Delta\nu - \Delta\nu_{Q_i}}{\Gamma_{Q_i}}\right) + \text{erf}\left(2\sqrt{\ln 2} \frac{\Delta\nu + \Delta\nu_{Q_i}}{\Gamma_{Q_i}}\right) \right], \end{aligned} \quad (3.24)$$

wobei der unbekannte Faktor $\mathcal{C}(1+\mathcal{B})/2$ auf Eins¹³ gesetzt wurde. \mathcal{A}_{AFP} ist die Amplitude des Signals für den AFP-Sweep.

¹³Der Faktor $\mathcal{C}(1+\mathcal{B})/2$ steckt somit in den Anteilen A_i der n Gauß-Funktionen.

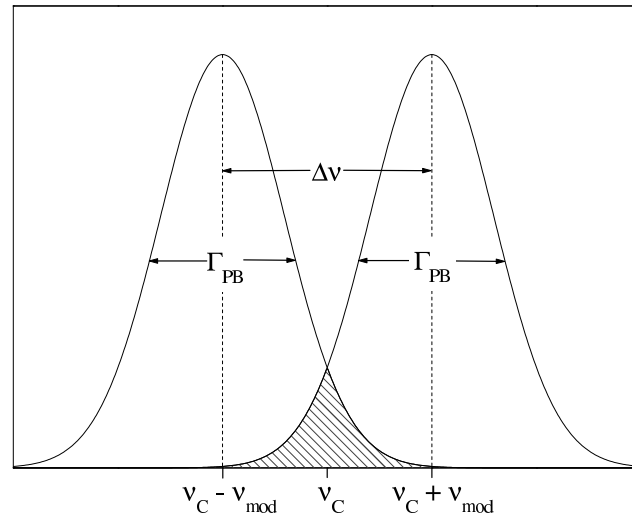


Abbildung 3.13: Überlagerung der beiden Seitenbänder bei einem MAPON-Sweep mit $\Delta\nu = 0,7 \cdot \Gamma_{PB}$ (schematisch skizziert; die Verbreiterungen durch die Lebensdauer und die Dipol-Dipol-Relaxation sind vernachlässigt, siehe Abschnitt 1.4). Der schraffierte Überlappungsbereich entspricht dem AFP-Anteil.

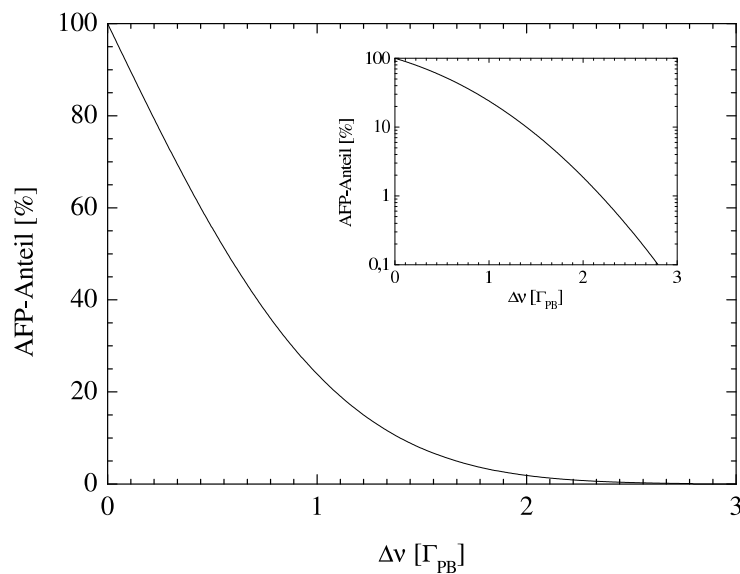


Abbildung 3.14: AFP-Anteil beim MAPON-Sweep in Abhängigkeit vom Frequenzabstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$ der beiden Seitenbänder in Einheiten der durch das Power Broadening verursachten Halbwertsbreite Γ_{PB} (die Verbreiterungen durch die Lebensdauer und die Dipol-Dipol-Relaxation sind vernachlässigt, siehe Abschnitt 1.4). Das Insert zeigt ebenfalls den AFP-Anteil, jedoch logarithmisch gegen den $\Delta\nu$ aufgetragen.

Fitparameter	Bedeutung
A_i	Fläche der Gaußkurve i , entspricht dem Anteil der i -ten Verteilung an der gesamten Quadrupolaufspaltungsverteilung
$\Delta\nu_{Q_i}$	Mittenfrequenz der i -ten Verteilung
Γ_{Q_i}	Halbwertsbreite der i -ten Verteilung
c	konstanter Offset
\mathcal{A}_{AFP}	Amplitude des „AFP-Signals“
Γ_{PB}	Halbwertsbreite der Power-Broadening-Verbreiterung

Tabelle 3.6: Fitparameter der MAPON-Theoriefunktion.

Die MAPON-Spektren der einzelnen γ -Linien und Beobachtungsrichtungen werden jeweils für Sweep UP und DOWN zusammengefasst. Dabei werden die mit dem Fehler gewichteten Mittelwerte gebildet. Aus den MAPON-Spektren für Sweep UP und DOWN wird dann der arithmetische Mittelwert (nicht gewichtet) gebildet. An die so gewonnenen Daten wird die Theoriefunktion nach Gleichung 3.24 angepasst. In Tabelle 3.6 sind die Fitparameter der MAPON-Theoriefunktion noch einmal zusammengefasst.

4 Messungen am System $^{82}\text{BrFe}$

Systematische Untersuchungen der Hyperfeinwechselwirkung von Brom in Eisen in Abhängigkeit von den Implantationsbedingungen wurden von U. DÄMMRICH *et al.* durchgeführt und sind in [Däm89] und [Her90] beschrieben. Die Unterschiede der NMR/ON-Spektren für kalt ($T \leq 0,2\text{ K}$) und warm ($T \approx 300\text{ K}$) implantierte Proben (siehe Abbildung 0.1) konnten nicht zwingend allein durch magnetische Effekte erklärt werden. In wie weit die elektrische Quadrupolwechselwirkung diese Unterschiede verursacht, konnte anhand der Daten nicht beurteilt werden.

Um entscheiden zu können, ob und welchen Anteil eine elektrische Quadrupolaufspaltung an den unterschiedlichen Linienbreiten und Formen der NMR/ON-Resonanzen der warm und kalt implantierten Proben hat, wurden AFP- und MAPON-Messungen an Eiseneinkristallen durchgeführt. Neben den unterschiedlichen Implantationstemperaturen wurde auch die Ausrichtung der Einkristalle in Bezug auf das externe Feld variiert. Dazu wurden die Fe-Einkristalle¹ in den verschiedenen Experimenten so auf dem Kühlfinger platziert, dass eine der Kristallrichtungen [100], [110] und [111] parallel zum externen Magnetfeld lag. Für jede dieser Ausrichtungen wurde mindestens eine warm und eine kalt implantierte Probe untersucht.

Zur Thermometrie wurde ein schon vorhandenes $^{60}\text{CoCo}$ -Kernthermometer verwendet. In dem $(1 \times 1 \times 12)\text{ mm}^3$ großen hcp²-Einkristall wurde ein geringer Anteil der stabilen ^{59}Co -Kerne durch Neutronenbestrahlung aktiviert. Von den beiden starken γ -Linien des ^{60}Co -Zerfalls (siehe Abbildung 4.1) kann nur die 1173 keV-Linie verwendet werden (siehe Unterabschnitt 3.1.1). Da die Weiß'schen Bezirke beim Co-hcp-Einkristall auch im Nullfeld ausgerichtet sind, kann dieses Kernthermometer auch ohne externes Feld verwendet werden.

¹Bei Temperaturen $T \lesssim 900\text{ °C}$ und Normaldruck (oder niedriger) liegt Eisen in der α -Phase vor, deren Kristallstruktur kubisch raumzentriert (bcc) ist (siehe Anhang A).

²Abkürzung für hexagonal dichteste Kugelpackung (**h**exagonal **c**lose **p**acked).

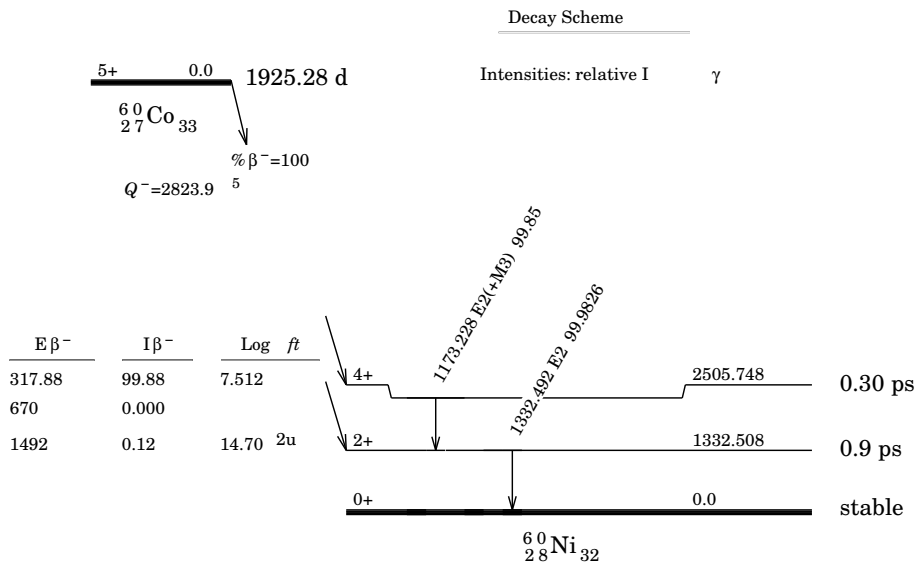


Abbildung 4.1: Das vereinfachte Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{60}Co [NND04]. Das komplette Zerfallsschema ist in Anhang B dargestellt.

4.1 Probenpräparation

Für die Experimente wurden drei verschiedene, knapp 1 mm dicke Fe-Einkristalle verwendet (siehe Abbildungen 4.2 und 4.3). Die untere Kante der Einkristalle ($\uparrow \#1$) und ($\uparrow \#2$) ist parallel zur $[1\bar{1}0]$ -Richtung. Die Flächennormale bildet mit der $[001]$ -Richtung einen Winkel von 16° , wobei die Drehachse die zuvor genannte Kante ($[1\bar{1}0]$ -Richtung) ist. Die $\{001\}$ -Fläche des Kristallgitters ist also um 16° um die $[1\bar{1}0]$ -Richtung bezüglich der Oberfläche der Kristalle gekippt. Daher ragt die $[100]$ -Richtung etwas aus der Oberfläche heraus und bildet mit dieser einen Winkel von $11,2^\circ$. Die Projektion der $[100]$ -Richtung auf die Oberfläche der Kristalle ($[100]'$ -Richtung) bildet mit der $[1\bar{1}0]$ -Richtung einen Winkel von $44,4^\circ$. Da bei den „ $[100]$ -Experimenten“ beide Einkristalle ($\uparrow \#1$) und ($\uparrow \#2$) verwendet wurden, war das externe Feld nicht exakt parallel zur $[100]$ -Richtung, denn die Probenoberfläche lag parallel zum externen Feld. Der Fe-Einkristall Nr. 16 ($\uparrow \#16$) wurde von der Kernorientierungsgruppe der TU München zur Verfügung gestellt³. Dessen Oberfläche ist parallel zur $(0\bar{1}1)$ -Ebene, und somit liegen alle drei

³Die Experimente, mit Einbau des Kristalls in der $[100]'$ -Richtung waren bereits durchgeführt worden, bevor der Einkristall Nr. 16 zur Verfügung stand. Auf Grund der nicht allzu großen Abweichung der $[100]$ -Richtung von dem externen Feld von $11,2^\circ$, wurden diese Experimente nicht mit dem Einkristall Nr. 16 wiederholt, bei dem der Einbau in exakt der $[100]$ -Richtung möglich gewesen wäre.

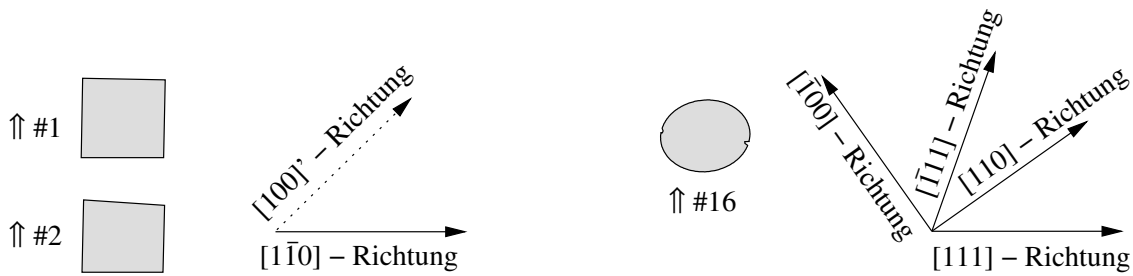


Abbildung 4.2: Die Abbildung zeigt die Fe-Einkristalle Nr.1 (\uparrow #1) und Nr. 2 (\uparrow #2) im Maßstab 1 : 1. Der durchgezogene Pfeil entspricht der $[1\bar{1}0]$ -Richtung, der gepunktete der Projektion der $[100]$ -Richtung auf die Oberfläche der Probe (siehe Text).

Abbildung 4.3: Die Abbildung zeigt den Fe-Einkristall Nr.16 (\uparrow #16) im Maßstab 1 : 1. Die Oberfläche der Probe ist parallel zur $(0\bar{1}1)$ -Fläche des Kristallgitters. Die Pfeile entsprechen den jeweiligen Kristallrichtungen.

Richtungen (Würfelkante, Flächendiagonale und Raumdiagonale) in der Probenebene. In allen Fällen wurde der Fe-Einkristall mit Wood'smetall⁴ auf den Kühlfinger gelötet.

Vor jedem Experiment⁵ wurden die Einkristalle nach einem speziellen Verfahren [Mai99] in mehreren Polierdurchgängen chemisch poliert. Dazu wurde ein Gemisch, bestehend aus 6 % HF-40%ig (Flusssäure), 69 % H_2O_2 -35%ig (Wasserstoffperoxid) und 25 % H_2O dest. (destilliertes Wasser) verwendet. Ein Polierdurchgang entspricht folgender Prozedur: der Einkristall wird ca. 60s in dem Gemisch geschwenkt, anschließend 1s in H_2O_2 gewaschen, 4s mit H_2O dest. abgespritzt und schließlich 20s in H_2O dest. gespült. Durch einen solchen Polierdurchgang werden an der Oberfläche ca. $20\ \mu\text{m}$ des Materials abgetragen⁶, was ausreichend ist, um die implantierten Kerne der vorherigen Implantation vollständig zu entfernen (siehe Abschnitt 3.3). Nach jedem Polierdurchgang wurde die Oberfläche optisch auf Verunreinigungen, Kratzer und Schlieren untersucht und so oft chemisch poliert, bis optisch keine „Fehler“ mehr zu erkennen waren. Anschließend wurde die „Qualität der Oberfläche“ mit einer Laue-Aufnahme kontrolliert. Abbildung 4.4 zeigt exemplarisch eine solche Laue-Aufnahme des Kristalls \uparrow #1 (Exp. #288, $[100]'$ -Richtung), wobei die Probe (\uparrow #1) um die oben beschrie-

⁴Wood'smetall ist eine Legierung bestehend aus 50 % Wismut, 25 % Blei, 12,5 % Cadmium 12,5 % Zinn. Bei speziellen Legierungen können die Anteile der einzelnen Komponenten schwanken.

⁵Mit Ausnahme von Experiment #306 ($[111]$ -Richtung, kalt implantiert): Der verwendete Fe-Einkristall Nr. 16 (\uparrow #16) wurde vom Probenpräparationslabor der TU München poliert.

⁶Da die Rückseite mit dem Lot (Wood'smetall) „versiegelt“ war, wurde die gesamte Dicke ebenfalls nur um ca. $20\ \mu\text{m}$ verringert.

benen 16° um die waagrecht liegende „untere Kante“ (Flächendiagonale der (001)-Fläche, siehe Abbildung 4.2) gedreht ist. Die Würfelkantenrichtungen des Kristallgitters (entsprechen [100]) bzw. die Flächendiagonalenrichtungen (entsprechen [110]) sind

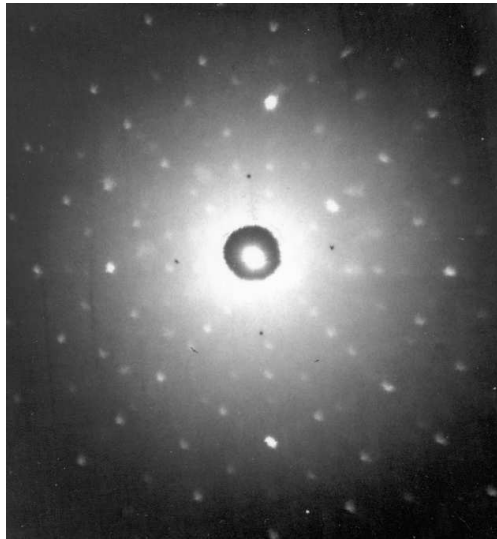


Abbildung 4.4: Laue-Aufnahme vom Fe-Einkristall Nr. 1 vom Experiment #288 ([100]’-Richtung, Warm-Implantation).

als „gedrehtes Kreuz \times “ bzw. als „normales Kreuz $+$ “ an den Reflexionen sehr gut zu erkennen. Die relativ scharfen starken Reflexe bestätigen die gute Probenqualität.

Die benötigte ^{82}Br -Aktivität (das Zerfallschema ist in Abbildung 4.5 dargestellt) wurde durch Neutronenbestrahlung von stabilem ^{81}Br erzeugt. Dazu wurden für jedes Experiment zwei Quarzampullen, gefüllt mit je 2 mg natürlichem Kaliumbromid⁷ (KBr) im Forschungsreaktor Geesthacht über 72 h mit einem thermischen Neutronenfluss von $\approx 6 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ bzw. im Forschungszentrum Jülich über 24 h mit einem thermischen Neutronenfluss von $\approx 1,2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ bestrahlt.

Bei jeder Implantation wurde eine Oberflächenionisationsquelle für negative Ionen (siehe Kapitel 2) verwendet, wobei die Br^- -Ionen mit 80 keV in die Fe-Einkristalle implantiert wurden. Bei den Kalt-Implantationen wurde direkt in die im Kryostaten eingebaute und abgekühlte Probe ($T \leq 25 \text{ mK}$) implantiert. Durch eine ca. 0,5 m weit entfernte Blende im gekühlten Schwerionenkanal wurde der Strahlfleck auf den Probenbereich beschränkt. Bei den „Warm-Implantationen“ wurde der Kühlfinger mit aufgelöteter Probe in die Nachbeschleunigung des Massenseparators (Raumtemperatur) eingebaut und mit einer kreisförmigen Blende ($\varnothing \approx 0,6 \text{ mm}$, ca. 2 cm vom Kristall entfernt) versehen. Da somit ein Auflöten der Probe nach erfolgter Implantation nicht mehr nötig war, konnte ein durch das Löten mögliches Tempern ausgeschlossen werden. Die Blende verhinderte das Implantieren in den Randbereich des Kristalls und in den Kühlfinger. Beides würde zu einem isotropen und somit nichtresonanten Untergrund der γ -Strahlung führen und die Messungen stören. Die Dosis einer Implantation wurde durch das Stromintegral

⁷Natürliches Brom besteht aus ungefähr gleichen Anteilen ^{79}Br und ^{81}Br .

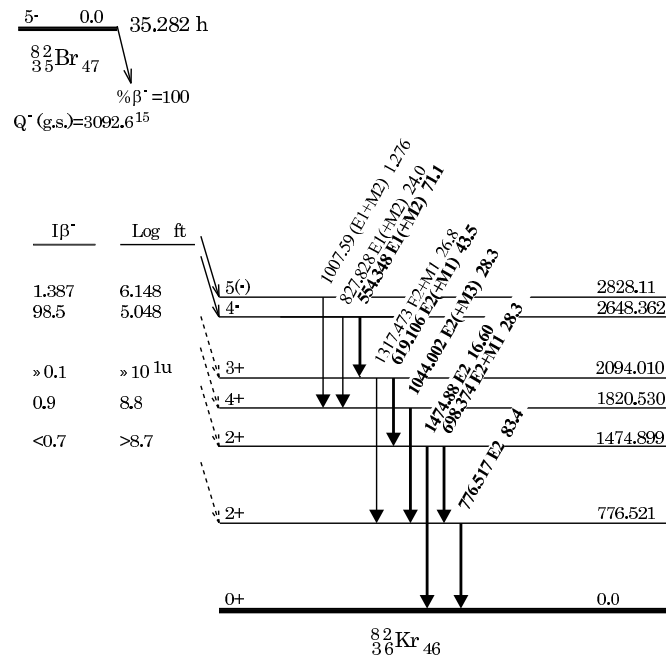


Abbildung 4.5: Das vereinfachte Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{82}Br [NND04]. Das komplette Zerfallsschema ist in Anhang B dargestellt.

der Br^- -Ionen und die Fläche des Strahlflecks abgeschätzt. Der Strom wurde bei den Warm-Implantationen direkt am Kristall und der Blende gemessen, wohingegen bei den Kalt-Implantationen der Strom an einem kurzzeitig in den Strahlengang geklappten, kupfernen Strahlfänger gemessen wurde. In regelmäßigen Abständen (ca. 15 min) wurde der Strom notiert und daraus das Stromintegral für die 6 h – 8 h dauernden Implantationen extrapoliert. Dabei wurde berücksichtigt, dass ein Teil der Aktivität auf der Blende deponiert wurde. Die durch die implantierten Br^- -Ionen ausgelösten Sekundärelektronen verursachen, im Gegensatz zu den Br^- -Ionen selber, einen positiven Strom. Für Kupfer beträgt die Sekundärelektronenvervielfachung ungefähr 2 [Fre99], so dass sich der gemessene Strom ungefähr durch einen Faktor -1 vom tatsächlichen Br^- -Strom unterscheidet. Die so gewonnenen Dosen stellen somit nur eine grobe Abschätzung der tatsächlichen Dosen dar und liegen zwischen $2,7 \cdot 10^{12}$ und $4,2 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm² (siehe Tabelle 4.1). Die beiden zusätzlich⁸ aufgeführten Experimente #295 und #303 wurden mit deutlich

⁸Es sind noch neun weitere $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente durchgeführt worden, deren implantierte Quellen jedoch zu schwach waren, um ausreichend Statistik für AFP- oder gar MAPON-Messungen zu erreichen. Da es aber das Ziel der Arbeit war, mit Hilfe dieser Messmethoden neue Erkenntnisse über das System $^{82}\text{BrFe}$ zu erlangen, werden diese Experimente in der Arbeit nicht aufgeführt.

Exp. #	Fe-Kristall	Impl.-temp.	Einbau-richtung	Dosis [Ionen/cm ²]	B_{dem} [kG]
288	↑ #1	warm	[100]'	$7,5 \cdot 10^{12}$	0,94 (5)
308	↑ #2		[110]	$2,7 \cdot 10^{12}$	0,68 (5)
316	↑ #16		[111]	$3,0 \cdot 10^{13}$	0,58 (5)
304	↑ #2	kalt	[100]'	$4,2 \cdot 10^{13}$	0,90 (5)
303	↑ #1		[110]	$3,9 \cdot 10^{12}$	0,84 (5)
295	↑ #1		[110]	$7,6 \cdot 10^{12}$	0,89 (5)
305	↑ #2		[110]	$3,0 \cdot 10^{13}$	0,76 (5)
306	↑ #16		[111]	$2,9 \cdot 10^{13}$	0,72 (5)

Tabelle 4.1: Implantierte Dosen und Demagnetisierungsfelder der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die Werte für die Dosis sind nach dem im Text beschriebenen Verfahren abgeschätzt worden. Implantationstemperatur „warm“ bedeutet bei Raumtemperatur und „kalt“ bei $T_{\text{Imp}} \leq 25 \text{ mK}$ implantiert. Die Demagnetisierungsfelder B_{dem} sind die gewichteten Mittelwerte der jeweiligen Verteilung nach Abschnitt 3.3. Die Sättigungsmagnetisierung von Eisen beträgt 22,19 kG [Ste86, S. 37]. Die Fehler der Demagnetisierungsfelder wurden abgeschätzt.

schwächeren Quellen als der des Experiments #305 durchgeführt. Wenn im Folgenden nur ein Ergebnis für „[110]-kalt“ angegeben ist, bezieht sich dies auf das Experiment #305, bei dem eine deutlich größere Statistik erreicht werden konnte.

Die Form und Größe der Strahlflecke wurde durch eine Radiographie der implantierten Proben ermittelt. Dazu wurde nach Beendigung jedes Experiments der Kryostat aufgewärmt und die Probe ausgebaut. Anschließend wurde in einer Dunkelkammer eine Radiographie durchgeführt, indem die Probe mit der bestrahlten Seite auf einen Schwarz-Weiß-Film gelegt wurde, der je nach Restaktivität 10 min – 80 min „belichtet“ wurde. Die „Belichtung“ wird durch die emittierten Elektronen des β -Zerfalls des ^{82}Br (siehe Abbildung 4.5) verursacht. Auf Grund der sehr geringen Reichweite von Elektronen in Materie bleibt die Belichtung auf den implantierten Bereich beschränkt. Abbildung 4.6 zeigt die Form und Größe der einzelnen Strahlflecke der in dieser Arbeit verwendeten $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die für diese Proben berechneten Demagnetisierungsfelder (siehe Abschnitt 3.3) sind in Tabelle 4.1 aufgeführt.

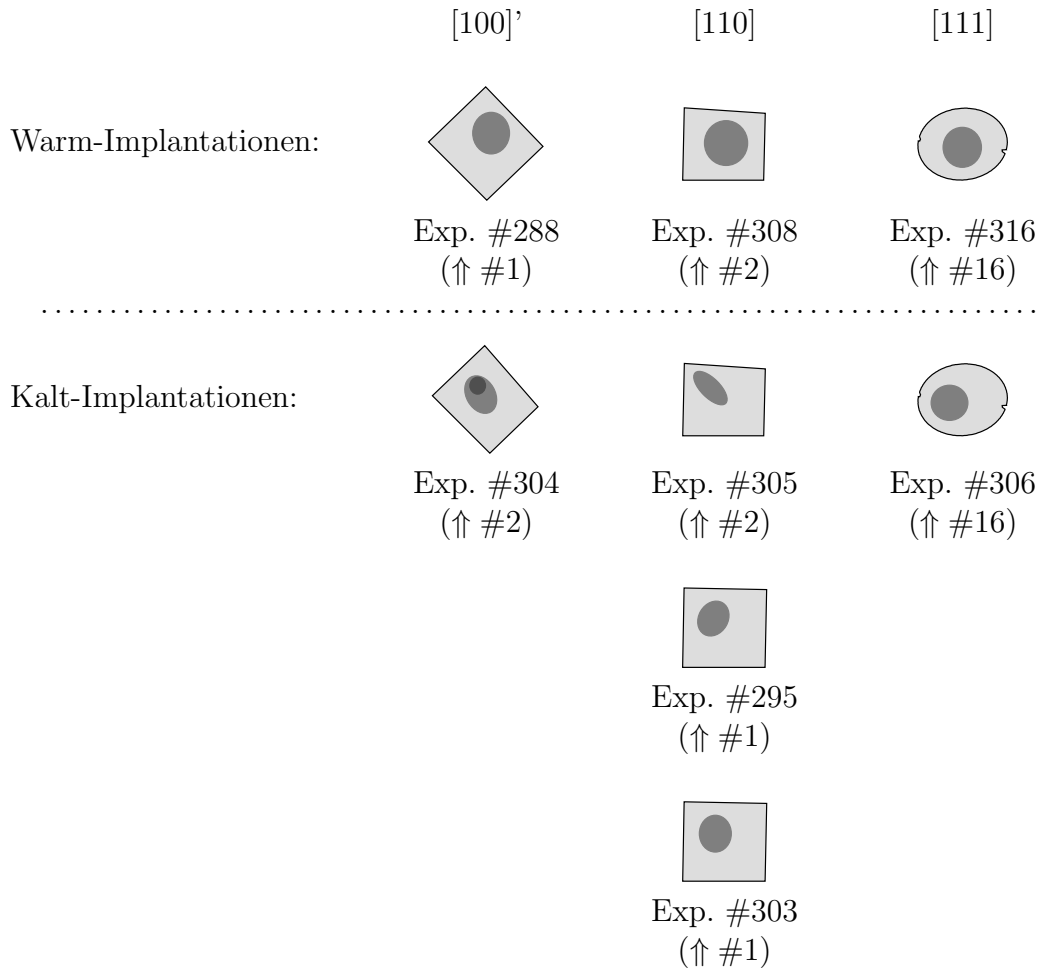


Abbildung 4.6: Strahlflecke der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die dunkelgrauen Flächen entsprechen der mit Hilfe einer Radiographie gewonnenen Form und Position des jeweiligen Strahlflecks. Beim Experiment #304 wurde der Strahlfleck aus zwei Formen zusammengesetzt. Die Experimente #295 und #303 unterscheiden sich vom Exp. #305 nur in der implantierten Dosis (und dem verwendeten Einkristall) und hatten eine deutlich geringere Statistik.

4.2 NO

Am Ende jedes Experimentes wurde eine NO-Messreihe mit bis zu drei Detektoren (0° , 180° und 90°) bei einem externen Magnetfeld $B_{\text{ext}} = 5,4 \text{ kG}$ aufgenommen. Zusätzlich wurde bei den Experimenten #303⁹, #304 und #305 eine NO-Messung bei $B_{\text{ext}} = 1,5 \text{ kG}$ durchgeführt. Für die Experimente #304 und #305 wird für den Anteil f_{NMR} (Anteil der Anisotropie mit der „NMR/ON-Frequenz“) bzw. die Frequenz ν_{NO} (mittlere zweite

⁹Bei diesem Experiment wurde bei $B_{\text{ext}} = 5,4 \text{ kG}$ keine NO-Messung durchgeführt.

Frequenz des Zweifrequenzmodells) jeweils der gewichtete Mittelwert aus den beiden, bei verschiedenen externen Magnetfeldern durchgeführten NO-Messungen angegeben. Die Frequenzen sind dabei auf das externe Magnetfeld korrigiert.

Abbildung 4.7 zeigt exemplarisch für alle NO-Daten die Verläufe der Anisotropie R in Abhängigkeit der reziproken Temperatur T^{-1} für die beiden Beobachtungsrichtungen $\theta = 180^\circ$ und $\theta = 90^\circ$ des Experiments #306. Bis auf die Daten der 777 keV-Linie, die wichtig für die Normierung sind, werden die Daten durch das verwendete Zweifrequenzmodell sehr gut wiedergegeben. Die Abweichung der 777 keV-Anisotropie trat nur im Experiment #306 auf, wobei dafür keine Erklärung gefunden werden konnte. In den γ -Spektren konnte keine Auffälligkeit ermittelt werden, die zu einer falschen Berechnung der 777 keV-Zählraten führen würde. Ebenso konnten die Faktoren $Q_k U_k A_k$ als Fehlerquelle ausgeschlossen werden. Der 777 keV- γ -Übergang ist ein Übergang von einem Kernniveau mit $I_i = 2^+$ zu einem mit $I_f = 0^+$. Aus der Auswahlregel $|I_i - I_f| \leq L \leq I_i + I_f$ und der Paritätserhaltung folgt direkt, dass dies ein reiner E2-Übergang ist und keine anderen Beimischungen vorhanden sein können. Die Faktoren A_k sind somit gleich den Ferentz-Rosenzweig-Faktoren F_k und können daher exakt berechnet werden. Durch einen Fehler in der Berechnung der Umorientierungskoeffizienten U_k sollte eine Abweichung der Anisotropien nicht nur in einem Experiment, sondern in allen auftreten, da für alle die gleichen U_k verwendet wurden.

Trotz der signifikanten Abweichung der Theoriefunktion von der gemessenen 777 keV-Anisotropie ist der Absolutwert dieser Abweichung relativ klein. Dies ist entscheidend für die Normierung, da die 777 keV-Linie zur Normierung der restlichen Datensätze der anderen Messmethoden verwendet wird. Um entscheiden zu können, ob diese Abweichung eine merkliche Auswirkung auf die Isotropie der Normierungsgröße N_{Norm} hat, wurde diese, für die NO-Messung nicht benötigte Größe, für alle drei Beobachtungsrichtungen berechnet und analog zu den NO-Daten ausgewertet. Das heißt, die Lebensdauer wurde herausgerechnet und die Daten wurden pulserkorrigiert. Anschließend wurde mit Hilfe der Warmzählraten aus der gleichen NO-Messung die Anisotropie R_{Norm} berechnet und für die entsprechenden Temperaturstufen jeweils ein Mittelwert gebildet.

Abbildung 4.8 zeigt analog zu den NO-Daten aus Abbildung 4.7 die Größe R_{Norm} aufgetragen gegen die reziproke Temperatur T^{-1} für alle drei Beobachtungsrichtungen $\theta = 0^\circ$, 180° und 90° . Für $\theta = 0^\circ$ ist die Anisotropie der Normierungsgröße innerhalb der Fehlergrenzen verträglich mit Null. Für die beiden anderen Beobachtungsrichtungen ist die

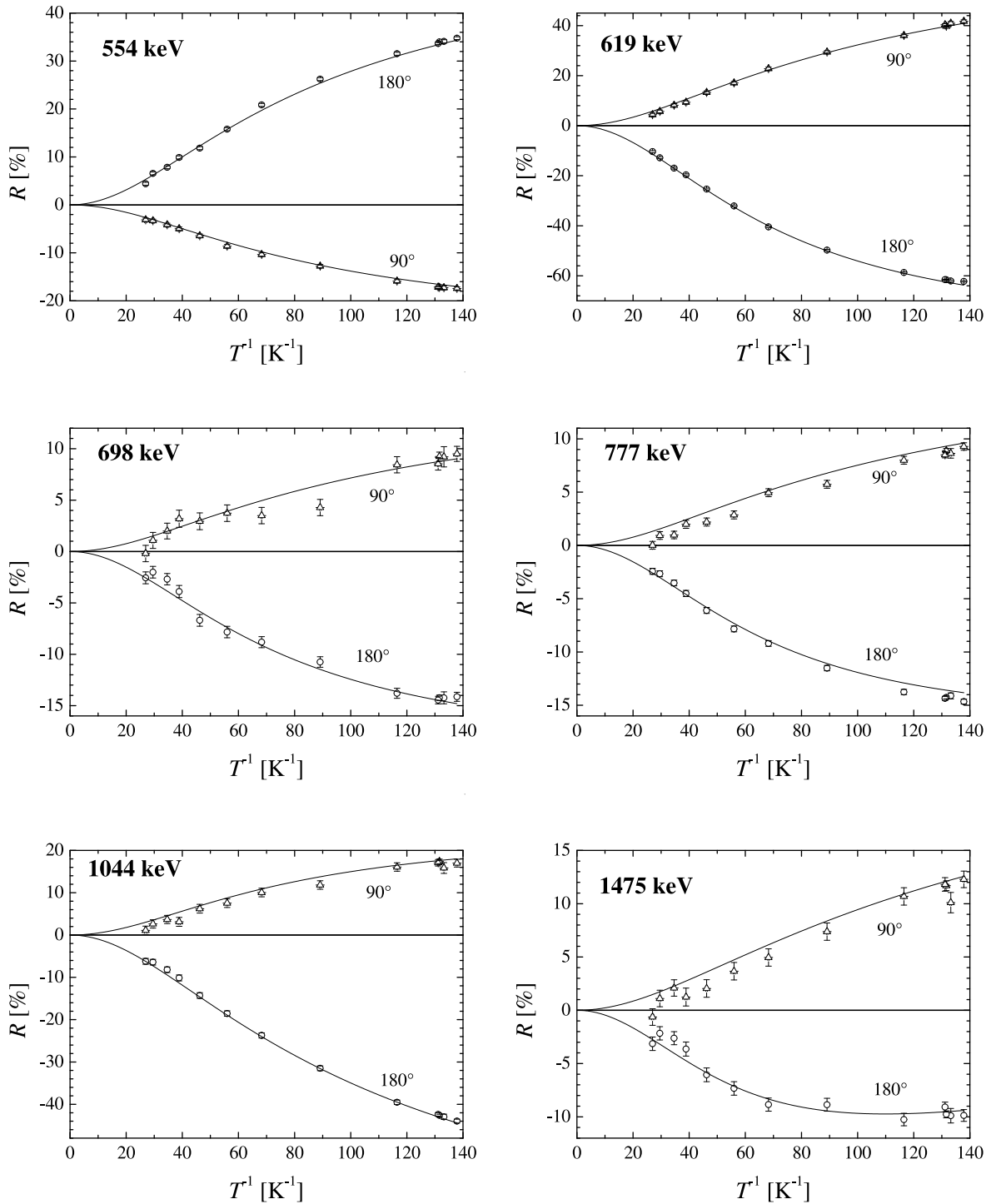


Abbildung 4.7: NO-Daten des Experiments #306 (kalt implantiert, [111]-Richtung) für $\theta = 180^\circ$ und $\theta = 90^\circ$, $B_{\text{ext}} = 5,4$ kG. Die Kurven sind die simultan angepassten Theoriefunktionen nach dem Zweifrequenzmodell. Die Daten für die Beobachtungsrichtung $\theta = 0^\circ$ sind nicht dargestellt, da sich die Anisotropien von denen für $\theta = 180^\circ$ nur um die Öffnungskorrekturen Q_k unterscheiden.

mittlere Anisotropie zwar knapp von Null verschieden ($|R_{\text{Norm}}| < 1\%$), jedoch unabhängig von der Temperatur. Wie in Unterabschnitt 3.1.1 aufgeführt, ist für die Messmethoden, bei denen diese Art von Normierung verwendet wird, der relative Verlauf der Anisotropie und nicht der Absolutwert entscheidend. Somit wird die absolute Anisotropie beim Experiment #306 zwar minimal verfälscht, jedoch der relative Verlauf der Anisotropie nicht, da sich R_{Norm} mit der Temperatur und somit mit den Besetzungswahrscheinlichkeiten der Subniveaus nicht ändert. Die leichte Abweichung der Theoriefunktion von der 777 keV-Anisotropie und die damit verbundene von Null verschiedene Anisotropie der Normierungsgröße ist daher für den relativen Verlauf der Anisotropie und somit für die Auswertungen der NMR/ON-, Relaxation-, AFP- und MAPON-Messungen vernachlässigbar.

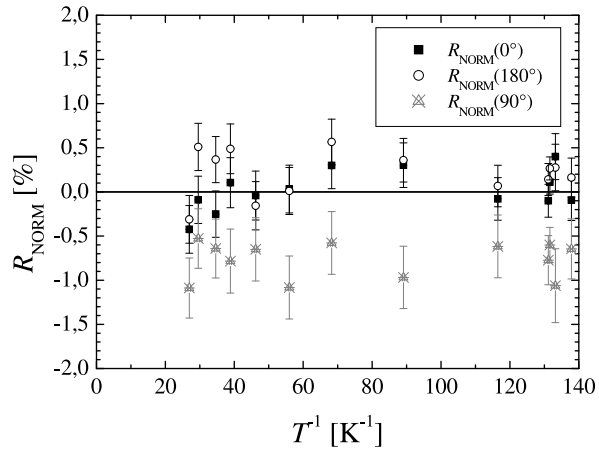


Abbildung 4.8: Anisotropie von N_{Norm} aus den NO-Messungen des Experiments #306 (kalt implantiert, [111]-Richtung) für die drei Beobachtungsrichtungen $\theta = 0^\circ$, 180° und 90° .

Auf Grund eines technischen Problems fiel der Pulser im Experiment #288 aus. Daher wurden die NO-Daten auch auf die in Unterabschnitt 3.1.1 beschriebene Art normiert. In Tabelle 4.2 sind die Ergebnisse aller NO-Messungen aufgeführt. Abbildung 4.9 zeigt die beiden Größen ν_{NO} und f_{NMR} bzw. f_{NO} in Abhängigkeit von der Kristallrichtung, die parallel zum externen Magnetfeld liegt. Eine Abhängigkeit von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$ ist sowohl für die NO-Frequenz als auch für den NO-Anteil nicht zu erkennen.

Abbildung 4.10 zeigt die beiden Größen in Abhängigkeit von der Implantationsdosis. Zusätzlich sind die NO-Ergebnisse für polykristalline Proben aus [Däm89] bei Auswertung mit dem Zweifrequenzmodell eingezeichnet. Trotz der merklichen Streuung der NO-Frequenz ist der Trend, dass die NO-Frequenz mit zunehmender Implantationsdosis abnimmt, deutlich zu erkennen. Des Weiteren liegt die NO-Frequenz der kalt implantierten Proben im Mittel um ca. 20 MHz über der für warm implantierte Proben.

Der NMR-Anteil f_{NMR} streut zwar sehr stark, zeigt aber einen ähnlichen Verlauf wie die NO-Frequenz. Im Mittel liegt der NMR-Anteil bei kalt implantierten Proben um grob

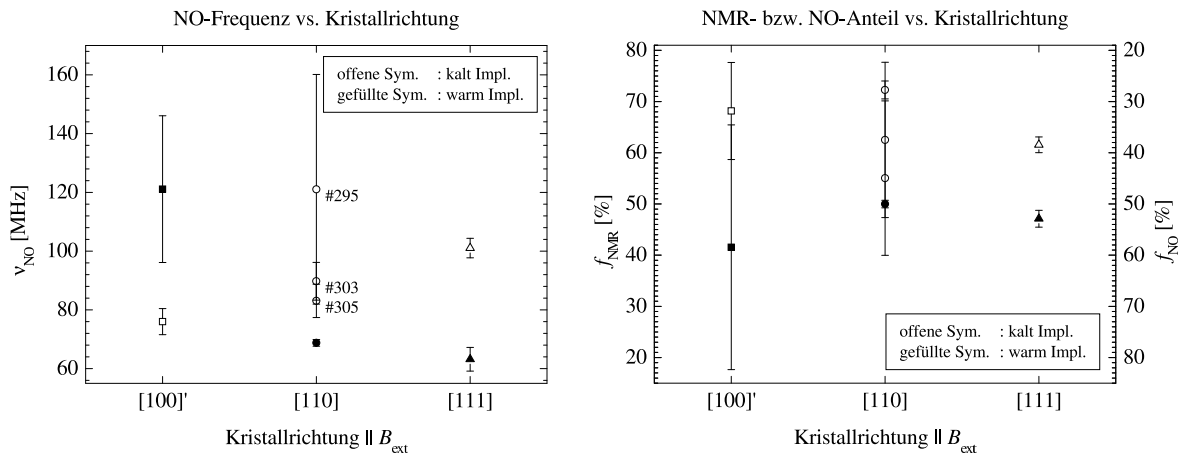


Abbildung 4.9: Das linke Diagramm zeigt die „mittlere NO-Frequenz“ ν_{NO} , das rechte den NMR- bzw. NO-Anteil versus der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Offene Symbole stehen für kalt implantierte Proben, die Vollen für warm implantierte Proben.

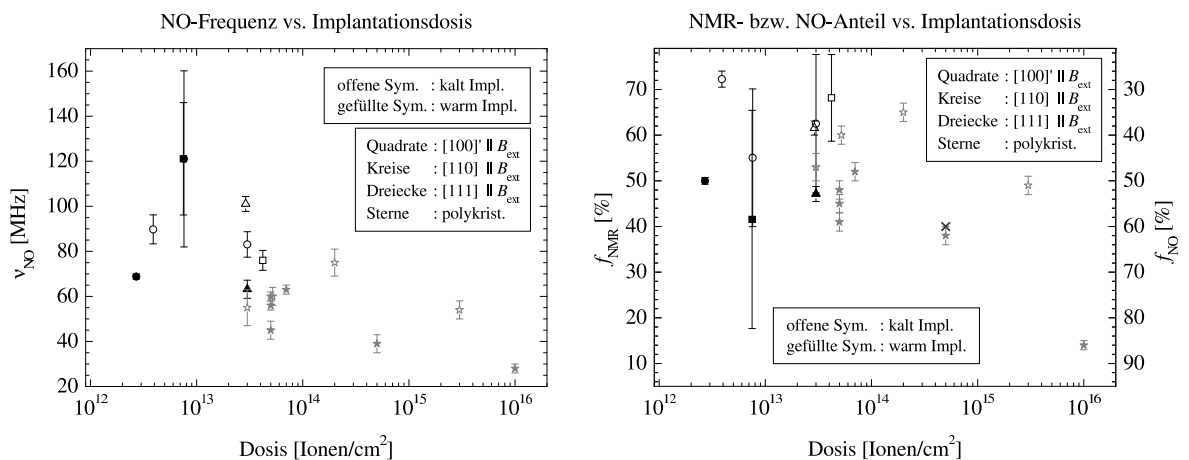


Abbildung 4.10: Das linke Diagramm zeigt die „mittlere NO-Frequenz“ ν_{NO} , das rechte den NMR- bzw. NO-Anteil in Abhängigkeit von der Implantationsdosis. Offene Symbole stehen für kalt implantierte Proben, die Vollen für warm implantierte Proben. Die Werte für die Messungen mit polykristallinen Folien (Sterne) sind aus [Däm89] entnommen. Das Kreuz ist aus [ACP74] übernommen und entspricht dem Anteil an Zwischengitterplätzen (60 %) bzw. dem Anteil an substitutionellen Gitterplätzen (40 %) bei Channeling-Experimenten mit implantiertem ^{81}Br in Fe-Einkristallen.

Exp. #	Fe-Kristall	Impl.-temp.	Einbau-richtung	ν_{NO} [MHz]	f_{NO} [%]
288	↑ #1	warm	[100]'	121 (25)	58 (24)
308	↑ #2		[110]	67 (1)	50 (1)
316	↑ #16		[111]	63 (4)	53 (2)
304	↑ #2	kalt	[100]'	76 (4)	32 (9)
303	↑ #1		[110]	90 (6)	28 (2)
295	↑ #1		[110]	121 (39)	45 (15)
305	↑ #2		[110]	83 (6)	37 (15)
306	↑ #16		[111]	101 (3)	38 (2)

Tabelle 4.2: NO-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Für die Theoriefunktion ist das Zweifrequenzmodell verwendet worden (siehe Gleichung 3.13), wobei die erste Frequenz („NMR/ON-Frequenz“) jeweils die gewichtete Mittenfrequenz der „NMR/ON-Verteilung“ (siehe Abschnitt 4.4) ist. Die Frequenzen sind für $B_{\text{ext}} = 0$ kG angegeben ($d\nu/dB_{\text{ext}} = +2,534$ (53) MHz/T aus [Däm89, S. 34]).

15 Prozentpunkte über dem bei warm implantierten Proben. Das Kreuz in dem rechten Diagramm von Abbildung 4.10 steht für das Ergebnis der Channeling-Messungen aus [ACP74]. Dabei wurden ^{81}Br -Ionen bei Raumtemperatur mit 80 keV in Fe-Einkristalle implantiert. Die Messungen ergaben einen Anteil von 60 % der Br-Kerne auf einem (nicht zwingend einheitlichen) Zwischengitterplatz und 40 % auf einem substitutionellen Gitterplatz des Fe-Kristalls. Dieses Ergebnis passt sehr gut in den Verlauf des NMR-Anteils, der dem Anteil der Br-Kerne auf einem substitutionellen Gitterplatz entspricht. Die NO-Frequenz wird als Mittelwert über Frequenzen sämtlicher *nicht substitutioneller* Gitterplätze interpretiert. Welche und wieviele verschiedene Zwischengitterplätze zur Anisotropie beitragen, kann letztendlich in dieser Arbeit nicht geklärt werden. Die Vermutung aus [Däm89, S. 40], dass ein Teil der Kerne mit vernachlässigbar kleiner Anisotropie zur gesamten Anisotropie beiträgt, weil er z. B. in einer möglicherweise vorhandenen Oxidschicht auf der Probenoberfläche sitzt, scheint sich nicht als maßgeblich zu bestätigen, denn dieser Effekt sollte nicht von der Implantationsdosis abhängig sein, sondern von der Qualität der Probenoberfläche und somit von der Probenpräparation. Des Weiteren ergab eine Auswertung der Einkristalldaten mit dem Dreigitterplatzmodell (siehe Gleichung 1.27) 31 (4) % für diesen Anteil, was bei der guten Probenpräparation ein deutlich zu hoher Wert ist.

Die starke Streuung der Werte, insbesondere des NMR-Anteils, kann zum Einen an ei-

ner unterschiedlichen Güte der Oberfläche der Proben liegen, zum Anderen an einer unzureichenden Genauigkeit der Messung der Implantationsdosis. Wie in Abschnitt 4.1 erwähnt, ist die Dosis nur sehr grob über die Sekundärelektronenvervielfachung abgeschätzt worden und hat daher sicherlich eine große Unsicherheit, die sich auch in der Streuung der beiden Größen ν_{NO} und f_{NMR} widerspiegelt.

Da im Rahmen dieser Arbeit die NO-Frequenz und der NO-Anteil hauptsächlich zur Berechnung der Anisotropien beim Resonieren des NMR/ON-Anteils benötigt wird und nicht Ziel der Untersuchungen war, wird im Weiteren ausschließlich mit dem Zweifrequenzmodell gearbeitet, denn dieses beschreibt die Daten hinreichend gut. Dabei wird die NO-Frequenz als Mittelwert über die Frequenzen sämtlicher nicht substitutioneller Gitterplätze und mögliche isotrope Beiträge gedeutet, ohne diese im Einzelnen genau zu kennen.

4.3 Magnetisierungskurven

Bei den drei Experimenten #304, #305 und #306 wurden zusätzlich zu den anderen Messungen auch die Magnetisierungskurven der Proben aufgenommen. Dazu wurde die Anisotropie in Abhängigkeit des externen Magnetfeldes gemessen. An die Anisotropien wurde mit festgehaltenen NO- und NMR- Parametern die Theoriefunktion angepasst, indem nur der Winkel α zwischen der Richtung der Magnetisierung der Probe und der Richtung des externen Magnetfeldes variiert wurde. Die daraus resultierenden Magnetisierungskurven sind in Abbildung 4.11 gezeigt.

Wird an eine Fe-Einkristallprobe, deren Demagnetisierungsfeld zunächst als Null angenommen wird, ein externes Magnetfeld angelegt, so hängt deren Magnetisierungsverhalten von verschiedenen Faktoren, unter anderem von der Kristallrichtung, die parallel zum externen Feld liegt, ab. Um die Magnetisierungskurven zu erklären, werden die komplizierten Verhältnisse des Magnetisierungsverhaltens hier nur vereinfacht dargestellt.

Liegt kein äußeres Magnetfeld an der ferromagnetischen Probe an, ist diese in der Regel in verschiedene Domänen unterteilt. In diesen Domänen ist die Magnetisierungsrichtung durch die „leichte Richtung der Magnetisierung“ (bei Eisen ist dies die [100]-Richtung) vorgegeben. Bei einer völlig entmagnetisierten Probe sind die Magnetisierungsrichtungen der verschiedenen Domänen statistisch verteilt, so dass deren Summe ein Nullfeld

ergibt. Bei einer leicht vormagnetisierten Probe sind entweder die Domänen einer bestimmten Richtung etwas größer als die Anderen oder Domänen mit einer bestimmten Richtung treten bevorzugt auf. Durch ein kleines externes Feld wird nun hauptsächlich das Volumen einer Domäne (oder mehrerer Domänen), deren Magnetisierungsrichtung bezüglich des externen Magnetfeldes energetisch besonders günstig liegt (das heißt, der Winkel zwischen dem externen Magnetfeld und der Magnetisierung ist möglichst klein), durch Domänenwandverschiebungen vergrößert. Bei größeren Magnetfeldern nimmt der Drehprozess der Magnetisierung innerhalb der einzelnen Domänen zu (die Wandverschiebungen nehmen dahingegen ab), bis die Probe in der Sättigung ist [Trä66, S. 198 ff.]. Dies ist nach wie vor die Richtung der leichten Magnetisierung, also die [100]-Richtung. Ist die Probe mit der Kristallrichtung [100] parallel zum externen Feld eingebaut, so ist die Probe bereits vollständig durchmagnetisiert, sobald nur noch eine Domäne vorhanden ist und die Magnetisierung liegt in Richtung des äußeren Feldes. Liegt das externe Feld in [110]- oder [111]-Richtung an, wird bei höheren Feldern, wenn nur noch eine Domäne vorhanden ist, die Magnetisierungsrichtung in Richtung des äußeren Feldes gedreht, bis sie bei Erreichen des Anisotropiefeldes ($B_{\text{ext}} = B_a$) vollständig in Richtung des externen Feldes liegt. Weicht die Einbaurichtung von einer Richtung mit hoher Kristallsymmetrie ([100], [110] und [111]) ab, so nähert sich die Magnetisierungsrichtung der Richtung des externen Feldes nur asymptotisch [See99a, S. 272].

Bei den verwendeten Proben ist das Demagnetisierungsfeld nicht zu vernachlässigen. Es wird durch magnetische Oberflächenpole, induziert durch das äußere Magnetfeld, hervorgerufen und ist daher dem externen Feld entgegengerichtet. Das Demagnetisierungsfeld wächst also mit der Magnetisierung der Probe, bis diese vollständig magnetisiert ist und das Demagnetisierungsfeld seinen maximalen Wert B_{dem} erreicht hat. Da die Kerne die Summe aus dem Demagnetisierungsfeld (negativ in Bezug auf das äußere Feld) und dem externen Magnetfeld sehen, wird die Magnetisierungskurve um B_{dem} zu höheren Magnetfeldern verschoben.

Bis zum Demagnetisierungsfeld B_{dem} erfahren die Sondenkerne somit keine Richtungsänderung der Magnetisierung und erst anschließend eine Drehung der Magnetisierung zum externen Feld hin. Eine detailliertere Beschreibung des Magnetisierungsverhaltens gibt G. SEEWALD in [See99a, S. 269 ff.].

Die Magnetisierungskurven in Abbildung 4.11 bestätigen in allen drei Fällen das berechnete Demagnetisierungsfeld B_{dem} sehr gut. Auf Grund der Probengeometrie (Dicke

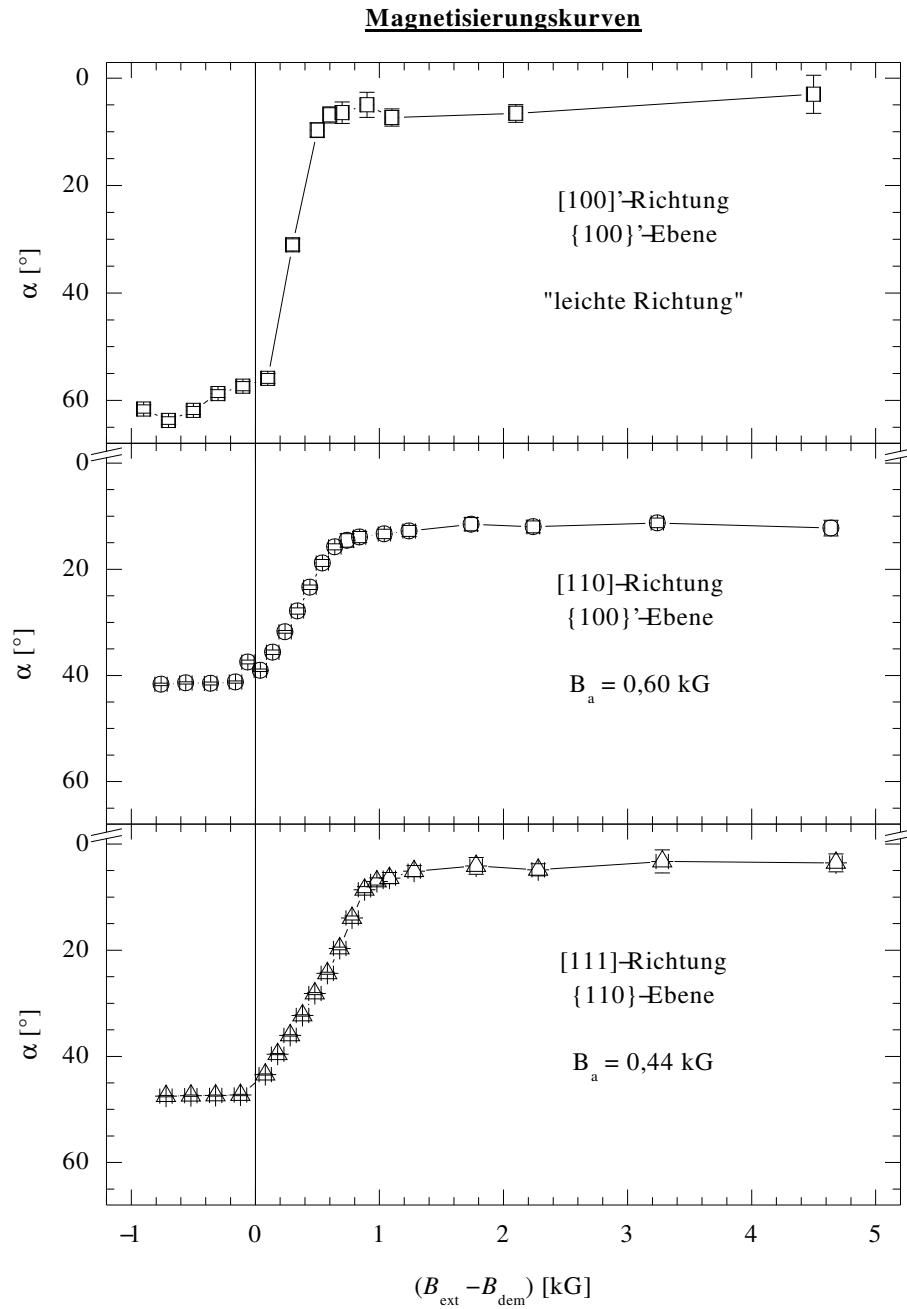


Abbildung 4.11: Magnetisierungskurven der Fe-Einkristalle, die bei den Experimenten #304 (Fe \uparrow #2), #305 (Fe \uparrow #2) und #306 (Fe \uparrow #16) (von oben nach unten) verwendet wurden. Gezeigt ist der Winkel α zwischen der Richtung der Magnetisierung der Probe und der Richtung des externen Magnetfeldes in Abhängigkeit von dem effektiven äußeren Feld ($B_{\text{ext}} - B_{\text{dem}}$). Das obere Diagramm zeigt die Magnetisierungskurve für die Kristallrichtung $[100]'$ $\parallel B_{\text{ext}}$, das mittlere für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, und das untere für $[111] \parallel B_{\text{ext}}$. Die Messungen wurden in einem Temperaturbereich von 7 mK bis 9 mK durchgeführt. Zur Übersicht sind die Punkte mit einer durchgezogenen Linie verbunden. Die Werte für das Anisotropiefeld B_a sind aus [See99a] entnommen.

« Länge oder Breite) der verwendeten Fe-Einkristalle ist das Demagnetisierungsfeld in Richtung senkrecht zur Probenebene so groß¹⁰, dass die Magnetisierung der Probe stets in der Probenebene liegt.

Die Magnetisierungskurve der [111]-Richtung zeigt genau das oben beschriebene Verhalten. Der Winkel zwischen der „nächsten [100]-Richtung“ zur „eingebauten [111]-Richtung“ (ungefähr parallel zur längeren Ellipsenachse, siehe Abbildung 4.2) beträgt 47° (denn die Probenebene ist parallel zur {110}-Ebene) und stimmt mit der Messung überein. Da die vollständige Ausrichtung nur etwas später als das Anisotropiefeld $B_a = 0,44$ kG erreicht ist, wurde die Probe sehr genau in der „[111]-Richtung“ eingebaut. Wird die Probe mit einer Kristallrichtung mit hoher Symmetrie parallel zum externen Magnetfeld eingebaut, so ist das Magnetisierungsverhalten sehr empfindlich auf kleinste Abweichungen vom exakten Einbau der Kristallrichtung [See99a, S. 273, 274]. Dies zeigt die Magnetisierungskurve der „[110]-Richtung“. Sie startet bei ca. 42° , (Projektion der [100]-Richtung auf die Probenoberfläche ungefähr 45° , siehe Abschnitt 4.1) nähert sich dem externen Magnetfeld jedoch nur bis auf ca. 10° .

Da bei den [100]’-Experimenten die Fe-Einkristalle nicht exakt mit der [100]-Richtung parallel zum externen Magnetfeld eingebaut werden konnten (siehe Abschnitt 4.1, die [100]-Richtung ragt ca. $11,2^\circ$ aus der Probenebene heraus), zeigt die entsprechende Magnetisierungskurve bei Magnetfeldern knapp über dem Demagnetisierungsfeld eine Drehung der Magnetisierung. Warum die Magnetisierung bei großen Feldern in diesem Fall annähernd die Richtung des externen Feldes aufweist und nicht wie die Magnetisierung bei der [110]-Richtung deutlich davon abweicht, obwohl auf Grund der Probengeometrie ein exakter Einbau in [100]-Richtung nicht möglich war, kann nicht erklärt werden.

4.4 NMR/ON

Bei den NMR/ON-Experimenten wurden jeweils die relativen Zerstörungen der Anisotropie, berechnet nach Gleichung 1.52, für alle γ -Linien und Beobachtungsrichtungen gewichtet aufsummiert. Aufgetragen gegen die eingestrahlte Frequenz ergibt dies für

¹⁰Für eine 1 mm dicke, quaderförmige Fe-Probe mit einer Grundfläche von (10×10) mm² beträgt das maximale Demagnetisierungsfeld B_{dem} senkrecht zu Probenebene in der Mitte der Probe ca. 91 % der Sättigungsmagnetisierung. Bei einer Sättigungsmagnetisierung von 22,19 kG für Eisen ist das Demagnetisierungsfeld ungefähr 20 kG groß.

jedes Experiment ein Resonanzspektrum. Die Einstellungen der NMR/ON-Experimente sind in Tabelle 4.3 aufgeführt. Alle NMR/ON-Messungen sind bei einem externen Ma-

Exp. #	Impl.-temp.	Einbau-richtung	Δ_S [kHz]	ν_{Hub} [kHz]	τ [s]	T'_1 [s]	τ/T'_1
288	warm	$[100]'$	100	100	300	10*	30*
308		[110]	50	50	100	12,3	8,13
316		[111]	50	50	100	10,1	9,9
304	kalt	$[100]'$	250	250	100	16,5	6,06
303		[110]	500	500	100	7,5	13,33
295		[110]	500	500	100	10*	10*
305		[110]	250	250	100	12,4	8,06
306		[111]	250	250	100	9,2	10,84

Tabelle 4.3: Einstellungen der NMR/ON-Experimente. Die Leistung der eingestrahlteten Hochfrequenz war bei allen Experimenten die gleiche. Ebenso wurde bei allen Experimenten die Frequenzvariation von niedrigen zu hohen Frequenzen durchgeführt. Die Basistemperatur lag im Bereich von 8,5 bis 13 mK. Die effektiven Relaxationszeiten T'_1 sind aus den Relaxationsmessungen entnommen (siehe Abschnitt 4.5). *: Bei diesen Experimenten wurde keine Relaxationsmessung durchgeführt. T'_1 ist daher mit 10 s abgeschätzt worden.

gnetfeld von $B_{\text{ext}} = 1,5$ kG durchgeführt worden, mit Ausnahme der Messungen der Experimente #306 und #316. Bei diesen wurde ein äußeres Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 1,7$ kG angelegt. Zur Korrektur der Mittenfrequenzen auf das externe Feld wurde der Wert $d\nu/dB_{\text{ext}} = +2,534$ (53) MHz/T aus [Däm89, S. 32] verwendet. Bei Frequenzmodulation der Hochfrequenz wurde bei allen Messungen (auch Relaxation-, AFP- und MAPON-Messungen) der Modulationshub ν_{Hub} mit einer Dreiecksschwingung der Frequenz 100 Hz der Hochfrequenz überlagert. Abbildung 4.12 zeigt die NMR/ON-Resonanzspektren für die verschiedenen Kristallrichtungen bei warm und kalt implantierten Proben. Soweit möglich, wurden die Daten sowohl mit einer Frequenzverteilung als auch mit zwei Frequenzverteilungen ausgewertet. Die „Kalt-Implantationen“ werden mit nur einer Frequenzverteilung mangelhaft beschrieben, wie auch schon die Experimente von U. DÄMMRICH gezeigt haben. Bei den Warm-Implantationen konnte eine zweite Verteilung nur beim Experiment #308 sinnvoll angepasst werden, wobei auch schon eine einzelne Verteilung die Daten hinreichend beschreibt. Die Ergebnisse der Anpassung der Theoriefunktionen mit einer Gaußverteilung bzw. zwei Gaußverteilungen sind in Tabelle 4.4 bzw. 4.5 aufgeführt.

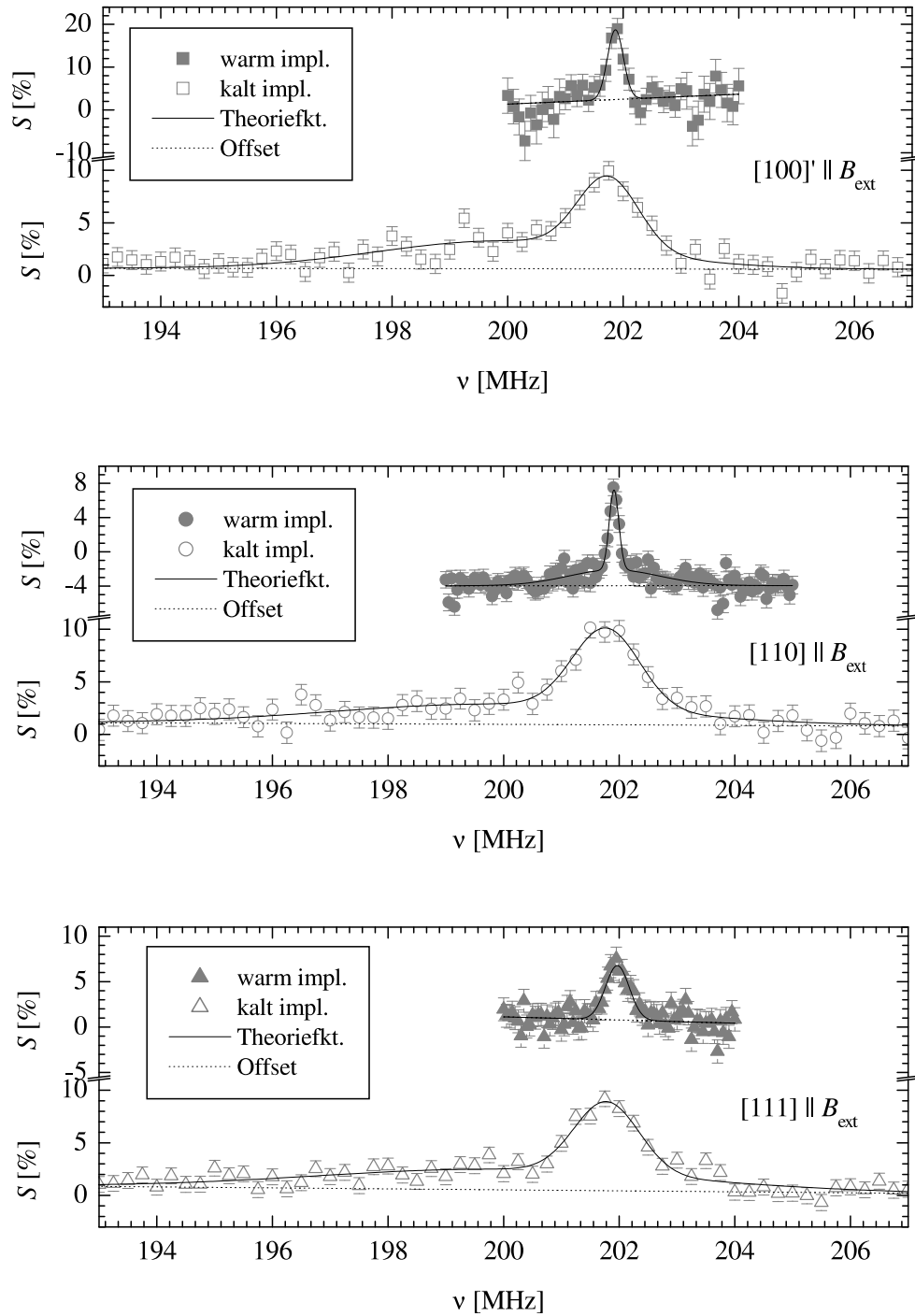


Abbildung 4.12: NMR-Resonanzspektren der drei Richtungen $[100]' \parallel B_{\text{ext}}$, $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$ für jeweils warm und kalt implantierte Proben. Für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ ist für die kalt implantierte Probe nur das Resonanzspektrum aus Experiment #305 gezeigt. Die Modulationsbreite $2\nu_{\text{Hub}}$ und die Schrittweite Δ_S sind beim Experiment mit warm implantierter Probe und $[100]' \parallel B_{\text{ext}}$ doppelt so groß wie bei den anderen beiden „Warm-Implantationen“ (siehe Tabelle 4.3). Dadurch wirkt die Resonanz im Vergleich zu den anderen „Warm-Resonanzen“ optisch zu breit.

Exp. #	Einbau- richtung	ν [MHz]	Γ [MHz]	A [%]
288	[100]'	201,72 (2)	0,29 (5)	27 (4)
308	[110]	201,70 (2)	0,23 (2)	25 (2)
316	[111]	201,68 (3)	0,48 (6)	29 (3)
304	[100]'	201,37 (7)	2,05 (17)	30 (2)
303	[110]	201,49 (6)	1,91 (15)	31 (2)
295	[110]	201,60 (8)	1,84 (22)	31 (3)
305	[110]	201,49 (6)	1,85 (15)	31 (2)
306	[111]	201,48 (6)	1,90 (14)	29 (2)

Tabelle 4.4: NMR/ON-Ergebnisse der Auswertung mit einer Gaußkurve. Die Resonanzen der kalt implantierten Proben werden mit diesem Modell nur mangelhaft wiedergegeben. Die Frequenzen sind für $B_{\text{ext}} = 0$ kG angegeben.

Ebenso wie die Messungen an polykristallinen Folien von U. DÄMMRICH zeigen die NMR-Resonanzspektren bei warm implantierten Proben eine sehr scharfe Resonanz mit ca. 0,2% relativer Linienbreite (in Bezug auf die Mittenfrequenz), wobei die Linienbreite der [111]-Resonanz bei der Anpassung der Theoriefunktion mit einer Gaußkurve ungefähr doppelt so groß wie die der beiden anderen Linien ist. Beim Experiment #308 ist zusätzlich eine breitere Komponente mit einer relativen Linienbreite von 0,9 (2) % vorhanden, die auch zum Teil bei den Experimenten mit polykristallinen Folien auftrat. Ein möglicher Grund dafür, warum in den Experimenten #288 und #316 keine solche Komponente zu erkennen ist, kann der schmale ausgemessene Frequenzbereich sein. Um die breite Komponente bei den Einstellungen eindeutig erkennen zu können, wäre ein deutlich breiterer auszumessender Frequenzbereich nötig, damit ein möglicher Offset, wie der z. B. beim Experiment #308 vorhandene negative Offset, verursacht durch einen Temperaturanstieg während der Frequenzvariationen, genau bestimmt werden kann. So könnte dann auch die breite Komponente, die eine erheblich geringere Amplitude als die schmale Komponente hat, nachgewiesen werden. Ein sinnvoller Vergleich der Linienbreite von der schmalen [110]-Komponente aus der Anpassung der Theoriefunktion mit zwei Gaußkurven mit den Breiten aus den Anpassungen der Theoriefunktion mit einer Gaußkurve ist nicht möglich, da auf Grund des zusätzlichen Linienfuss die Halbwertsbreite der schmalen Komponente deutlich reduziert wird.

Aus der sehr schmalen „Warm-Komponente“ der NMR/ON-Resonanz von $^{82}\text{BrFe}$, dem sehr genau bekannten g -Faktor $g = 0,3254 (1)$ ($\mu(^{82}\text{Br}, 5^-) = 1,6270 (5) \mu_{\text{K}}$ [Tul03]) und

Exp. #	Einbau- richtung	ν_1 [MHz]	ν_2 [MHz]	Γ_1 [MHz]	Γ_2 [MHz]	A_1 [%]	A_2 [%]
288	[100]'	201,72 (2)	—	0,29 (5)	—	27 (4)	—
308	[110]	201,70 (2)	201,70 (13)	0,18 (2)	1,87 (4)	18 (2)	35 (8)
316	[111]	201,68 (2)	—	0,48 (6)	—	29 (3)	—
304	[100]'	201,56 (5)	199,74 (42)	1,17 (16)	5,12 (8)	17 (3)	27 (5)
303	[110]	201,63 (4)	200,56 (27)	0,93 (16)	4,35 (5)	16 (2)	24 (3)
295	[110]	201,56 (8)	201,92 (61)	1,22 (26)	8,50 (19)	19 (3)	35 (7)
305	[110]	201,57 (6)	199,65 (65)	1,31 (16)	6,57 (13)	21 (3)	25 (6)
306	[111]	201,52 (5)	199,68 (48)	1,26 (13)	7,44 (11)	18 (2)	30 (5)

Tabelle 4.5: NMR/ON-Ergebnisse der Auswertung mit zwei Gaußkurven. Die Frequenzen sind für $B_{\text{ext}} = 0$ kG angegeben. Bei den Experimenten #288 und #316 war eine Anpassung einer zweiten Verteilung nicht sinnvoll möglich.

der aus [Däm89, S. 32] bekannten Frequenzverschiebung $d\nu/dB_{\text{ext}} = +2,534 (53)$ MHz/T kann also das Hyperfeinfeld von Brom in Eisen sehr exakt bestimmt werden:

$$B_{\text{hf}} = +81,31 (3) \text{ T.} \quad (4.1)$$

Dieser Wert stimmt innerhalb der Fehlergrenzen mit dem aus [Däm89, S. 34] von $B_{\text{hf}} = 81,35 (3)$ T (das berechnete Demagnetisierungsfeld von ca. 0,03 kG wurde dabei vernachlässigt) überein. Dies zeigt neben der geringen Streuung der Mittenfrequenzen der schmalen „Warm-Komponente“, dass die Demagnetisierungsfelder hinreichend genau bestimmt worden sind.

Die Resonanzspektren der kalt implantierten Proben können nur mit (mindestens) zwei Komponenten ausreichend beschrieben werden. Die schmale Komponente der kalt implantierten Proben ist gegenüber den Warm-Implantationen etwas zu niedrigeren Frequenzen hin verschoben (siehe Abbildungen 4.13 und 4.14) und von vergleichbarer Linienbreite (ungefähr 0,6 %). Dieser „normalen“ Komponente ist eine extrem breite Verteilung überlagert, deren relative Linienbreite bis zu 4 % groß ist.

Abbildung 4.13 zeigt die Mittenfrequenzen der Gaußkurven der einzelnen Resonanzspektren. Dabei ist keine Abhängigkeit der verschiedenen Mittenfrequenzen von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$ zu erkennen. Die leichte Verschiebung der schmalen „Kalt-Komponente“ gegenüber der der schmalen „Warm-Komponente“ ist sehr gut zu erkennen. Die Mittenfrequenz ν_2 der breiten „Kalt-Komponente“ streut für die [110]-Richtung auf den ersten

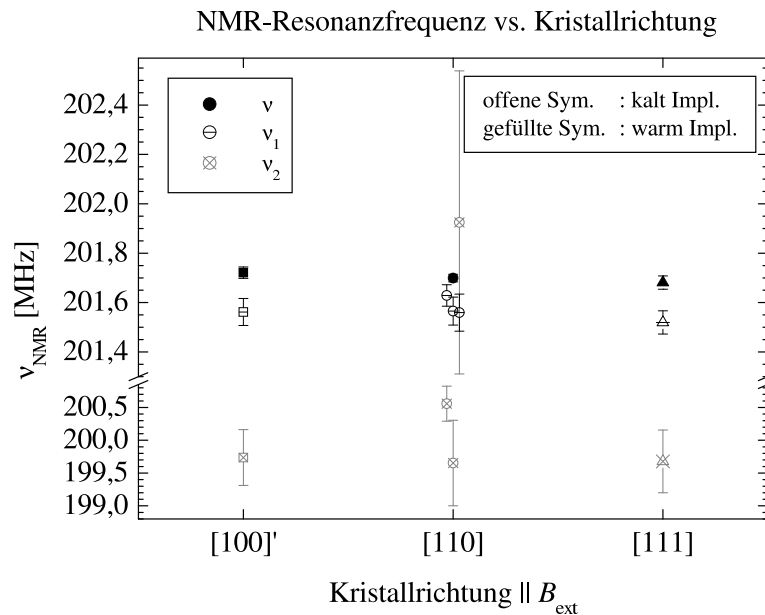


Abbildung 4.13: NMR-Mittenfrequenzen ν_i versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Offene Symbole stehen für kalt implantierte Proben, die vollen Symbole für warm implantierte Proben.

Blick recht stark. Allerdings liegen die drei Frequenzen der Experimente #304, #305 und #306 auf einer Höhe und nur die beiden Frequenzen der Experimente #295 und #303 weichen davon ab. Bei diesen beiden Experimenten war die Implantationsdosis jedoch auch knapp eine Größenordnung kleiner als bei den drei Anderen. Daher liegt die Vermutung nahe, dass die Mittenfrequenz ν_2 der breiten „Kalt-Komponente“ mit der Implantationsdosis variiert.

Abbildung 4.14 zeigt die Abhängigkeit der Mittenfrequenzen von der Implantationsdosis. Die Werte für Implantationsdosen größer $4,2 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm² sind aus [Däm89] entnommen. In diesem Diagramm ist eine deutliche Abnahme der Mittenfrequenz ν_2 der „Kalt-Komponente“ mit steigender Implantationsdosis zu erkennen. Dabei ist aber zu beachten, dass bei 200 MHz eine Achsenunterbrechung eingezeichnet und die Ordinate oberhalb davon gespreizt ist. Dadurch erscheinen die drei Punkte mit $\nu_2 > 200$ MHz etwas höher als bei gleicher Skalierung der Ordinatenabschnitte und der Anstieg von ν_2 bei niedrigen Implantationsdosen wird optisch ein wenig überschätzt. Die Mittenfrequenz ν_1 der schmalen „Kalt-Komponente“ streut relativ stark, jedoch ist keine Abhängigkeit von der Implantationsdosis festzumachen. Die Mittenfrequenz ν der schmalen „Warm-Komponente“ ist bis zu einer Dosis von 10^{14} Ionen/cm² konstant, wobei die Werte der

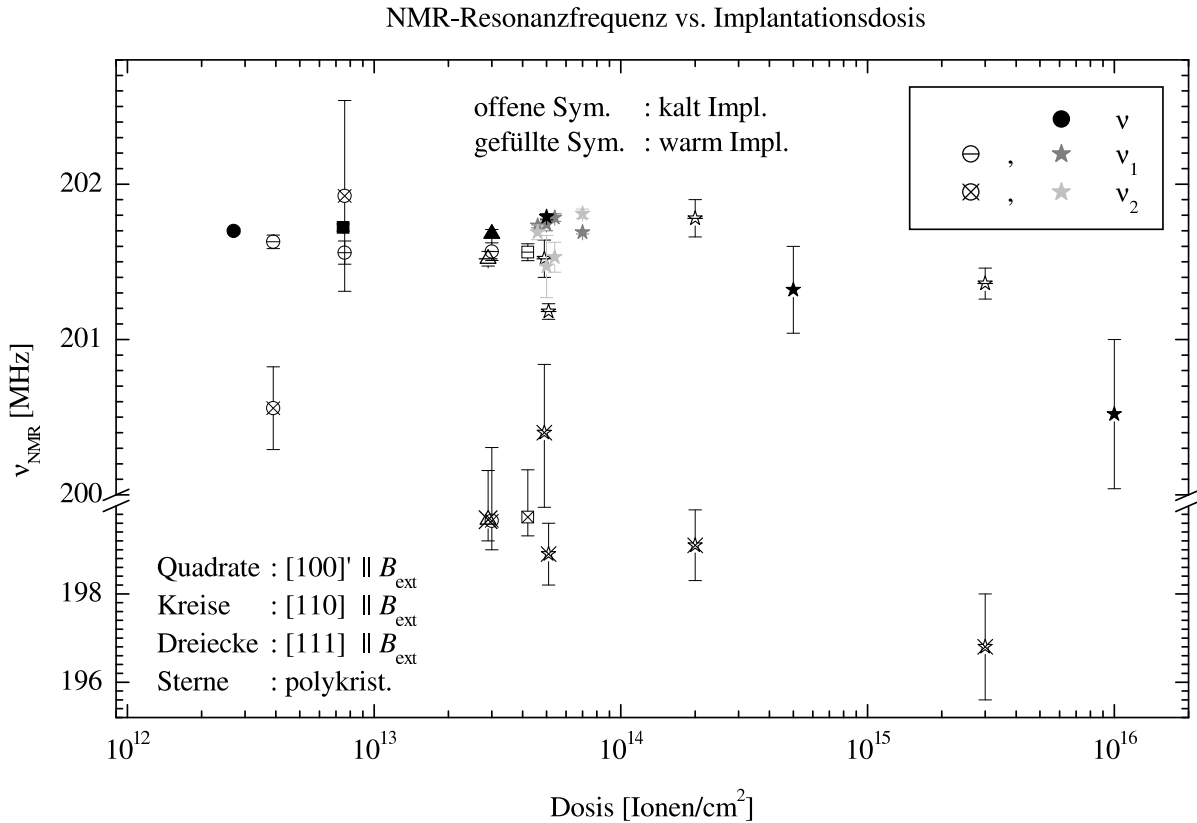


Abbildung 4.14: NMR-Mittenfrequenzen ν_i versus Implantationsdosis. Offene Symbole stehen für kalt implantierte Proben, die vollen für warm implantierte Proben. Die Werte für Implantationsdosen größer $4,2 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm² sind aus [Däm89] entnommen (Sterne). Bei diesen Experimenten sind polykristalline Folien verwendet worden.

Einkristallmessungen knapp unter den Werten der „Polykristall“-Messungen liegen. Ab dieser Dosis fällt die Frequenz deutlich ab, wie die Werte aus [Däm89] zeigen.

Die Abhängigkeit der relativen Linienbreiten der einzelnen Komponenten der NMR/ON-Resonanzspektren von der Implantationsdosis ist noch deutlicher als die der Mittenfrequenzen. Abbildung 4.15 zeigt doppeltlogarithmisch aufgetragen die relativen Linienbreiten der verschiedenen NMR/ON-Komponenten gegen die Implantationsdosis. Die relativen Linienbreiten der einzelnen Komponenten zeigen alle, bis auf die der breiten „Warm-Komponente“, für die nur im unteren Dosisbereich Punkte vorhanden sind, einen Anstieg mit zunehmender Implantationsdosis, wobei die Breite oberhalb von einer Implantationsdosis 10^{14} Ionen/cm² deutlich stärker zunimmt als unterhalb. Bei niedrigen Dosen ist die breite „Warm-Komponente“ mit der schmalen „Kalt-Komponente“

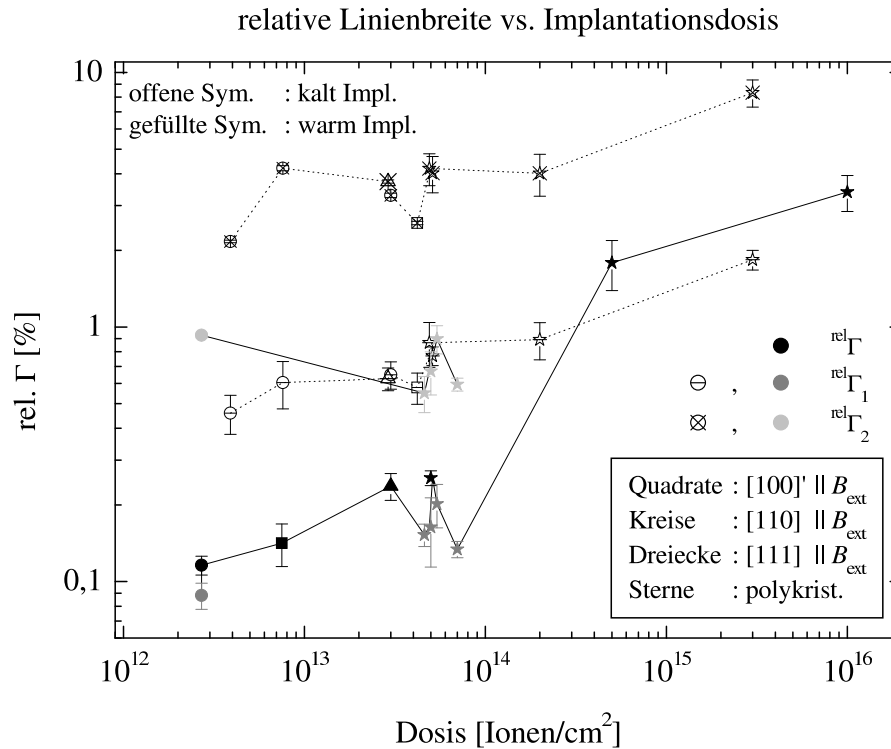


Abbildung 4.15: Relative Linienbreiten der NMR/ON-Komponenten vs. Implantationsdosis. Sowohl die Implantationsdosis als auch die relative Linienbreite sind logarithmisch aufgetragen. Offene Symbole stehen für kalt implantierte Proben, die vollen Symbole für warm implantierte Proben. Die Werte für Implantationsdosen größer $4,2 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm² sind aus [Däm89] entnommen. Bei diesen Experimenten sind polykristalline Folien verwendet worden. Zur Übersicht sind jeweils die schmalen bzw. breiten „Warm-Komponenten“ mit einer durchgezogenen Linie und die schmalen bzw. breiten „Kalt-Komponenten“ mit einer gepunkteten Linie verbunden.

vergleichbar. Für höhere Dosen geht die schmale „Warm-Komponente“ in die schmale „Kalt-Komponente“ über. Für die hohen Dosen ist kein „breiter“ Anteil bei warm implantierten Proben vorhanden, da der „schmale Anteil“ vom „breiten Anteil“ nicht mehr zu unterscheiden ist. Für Implantationsdosen oberhalb von 10^{14} Ionen/cm² scheinen die drei Komponenten in einander überzugehen. Lediglich die breite „Kalt-Komponente“ bleibt auch für Dosen oberhalb von 10^{14} Ionen/cm² bezüglich der Linienbreite deutlich von den anderen Anteilen getrennt. Ebenso wie die Mittenfrequenzen zeigen die Linienbreiten, bis auf die schmale „Warm-Komponente“, keine Abhängigkeit von der Kristallrichtung (nicht explizit als Diagramm gezeigt). Nach Abbildung 4.15 scheinen jedoch die verschiedenen Implantationsdosen und keine Kristallrichtungsabhängigkeit der Hauptgrund für die Variation der Linienbreite der schmalen „Warm-Komponente“ zu sein. Des Weiter-

ren kann eine unterschiedliche Güte der Probenpräparation die Linienbreite zusätzlich beeinflussen.

Die NO-Messungen haben gezeigt, dass die Anisotropie der Br-Kerne aus (mindestens) zwei Anteilen zusammengesetzt ist, dem „NO-Anteil“ $f_{\text{NO}}R_{\text{NO}}(\theta, T)$ und dem „NMR-Anteil“ $f_{\text{NMR}}R_{\text{NMR}}(\theta, T)$ (siehe Gleichung 3.13). Daher ist die relative Zerstörung der Anisotropie nicht proportional zum Anteil der resonierten Kerne, sondern zur anteiligen Anisotropie der resonierten Kerne. Der Anteil der NMR-Anisotropie an der gesamten Anisotropie $R(\theta, T)$ beträgt $f_{\text{NMR}}R_{\text{NMR}}(\theta, T)/R(\theta, T)$ und entspricht der maximal messbaren relativen Zerstörung der Anisotropie. Die Größe

$$D = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{f_{\text{NMR}}R_{\text{NMR}}(\theta, T)/R(\theta, T)} \quad (4.2)$$

entspricht somit der Anzahl der resonierten Kerne in Bezug auf die Kerne, deren Wechselwirkungsfrequenz im Bereich der NMR-Komponenten liegt (NMR-Kerne). Die A_i sind die gemessenen integralen Zerstörungen der Anisotropie der i -ten von n Gaußkurven der Resonanzspektren. D ist also die relative Zerstörung der Anisotropie der NMR-Kerne (und somit proportional zur Anzahl der resonierten NMR-Kerne in Bezug auf alle NMR-Kerne) und $f_{\text{NMR}} \cdot D$ die relative Anzahl der resonierten Kerne in Bezug auf alle Kerne (NO- und NMR-Kerne). Da $R_{\text{NMR}}(\theta, T)/R(\theta, T)$ nicht für alle γ -Linien und Beobachtungsrichtungen identisch ist und die Resonanzspektren durch gewichtete Aufsummierung aller γ -Linien und Beobachtungsrichtungen gewonnen wurde, wurde auch die Größe $R_{\text{NMR}}(\theta, T)/R(\theta, T)$ gemittelt. Dazu wurde $R_{\text{NMR}}(\theta, T)/R(\theta, T)$ ebenso wie die Resonanzspektren durch gewichtete Aufsummierung für alle γ -Linien und Beobachtungsrichtungen berechnet. In Abbildung 4.16 sind die beiden relativen Resonanzsignale für die Auswertung der Resonanzkurven mit zwei Gaußkurven bzw. einer Gaußkurve gegen die Einbaurichtung der Einkristalle aufgetragen.

Das rechte Diagramm aus Abbildung 4.16 zeigt die relativen Resonanzsignale der warm implantierten Proben. Die relativen Resonanzsignale der mit nur einer Gaußkurve ausgewerteten Resonanzspektren (volle Symbole) liegen systematisch etwas tiefer als bei Auswertung mit zwei Gaußkurven (halbgefüllte Kreise), sind aber konstant in Bezug auf die Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Das linke Diagramm zeigt die relativen Resonanzsignale der kalt implantierten Proben sowie die der mit zwei Gaußkurven ausgewerteten „Warm-Resonanz“. Bis auf das Experiment #316 ($[111] \parallel B_{\text{ext}}$, warm implantiert) streut der

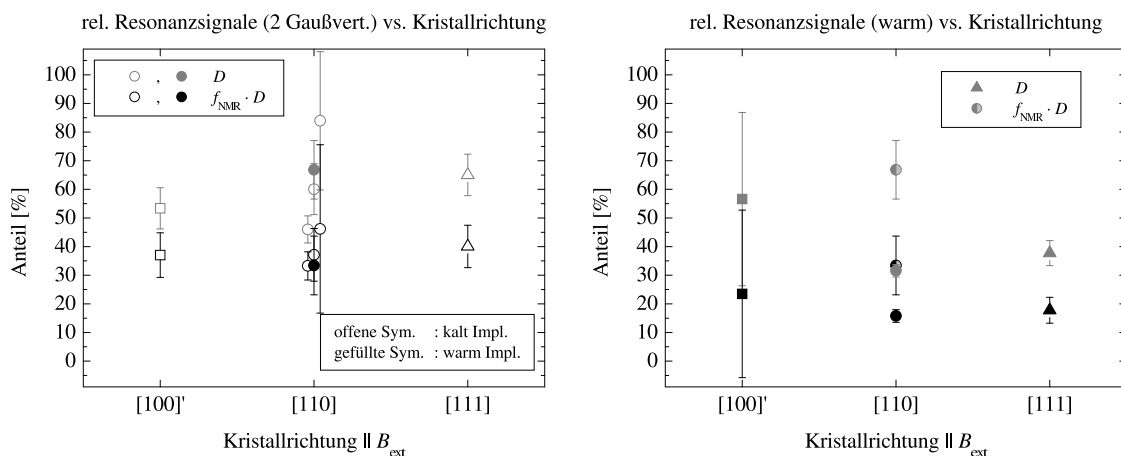


Abbildung 4.16: Das linke Diagramm zeigt die Summe der relativen Resonanzsignale bei Auswertung der NMR/ON-Resonanzspektren mit zwei Gaußkurven versus der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Das rechte zeigt die relativen Resonanzsignale der warm implantierten Proben bei Auswertung der Resonanzspektren mit nur einer Gaußkurve. Zum Vergleich sind die Punkte bei Auswertung mit zwei Gaußkurven als halbgefüllte Kreise eingezeichnet. D entspricht dem resonierten Anteil der „NMR-Kerne“, $f_{\text{NMR}} \cdot D$ dem Anteil der resonierten Kerne in Bezug auf alle Kerne. Offene Symbole stehen für kalt implantierte Proben, die vollen Symbole für warm implantierte Proben.

Anteil der resonierten NMR-Kerne um ca. 60%. Unabhängig von der Implantationsdosis zeigen auch die Messungen aus [Däm89] einen Wert von ca. 60% für das relative Resonanzsignal D .

Nach U.DÄMMRICH reichte die Leistung der eingestrahlten Hochfrequenz bei den Experimenten [Däm89] zumindest annähernd aus, um in der Sättigung der Resonanz zu sein. Da bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen ebenso wie bei denen aus [Däm89] ca. 60% der NMR-Kerne zum Resonanzsignal beitragen, reichte die Leistung der eingestrahlten Hochfrequenz bei den Einkristallmessungen anscheinend auch zur Sättigung der Resonanz aus.

Dies bestätigt auch der Vergleich der NMR-Resonanzspektren der Experimente #305, #295 und #303 (alle mit $[110] \parallel B_{\text{ext}}$), die in Abbildung 4.17 gezeigt sind. Dabei ist der Offset subtrahiert und die Amplitude der Resonanz aus Experiment #305 ($3 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm 2) um den Faktor 2 vergrößert dargestellt. Bei allen Experimenten wurde die gleiche Leistung für die eingestrahlte Hochfrequenz verwendet, jedoch unterschiedlich Modulationsbreiten $\pm \nu_{\text{Hub}}$ (siehe Tabelle 4.3). Da beim Experiment #305 die halbe Modulationsbreite der Experimente #295 und #303 verwendet wurde, sollte aus diesem

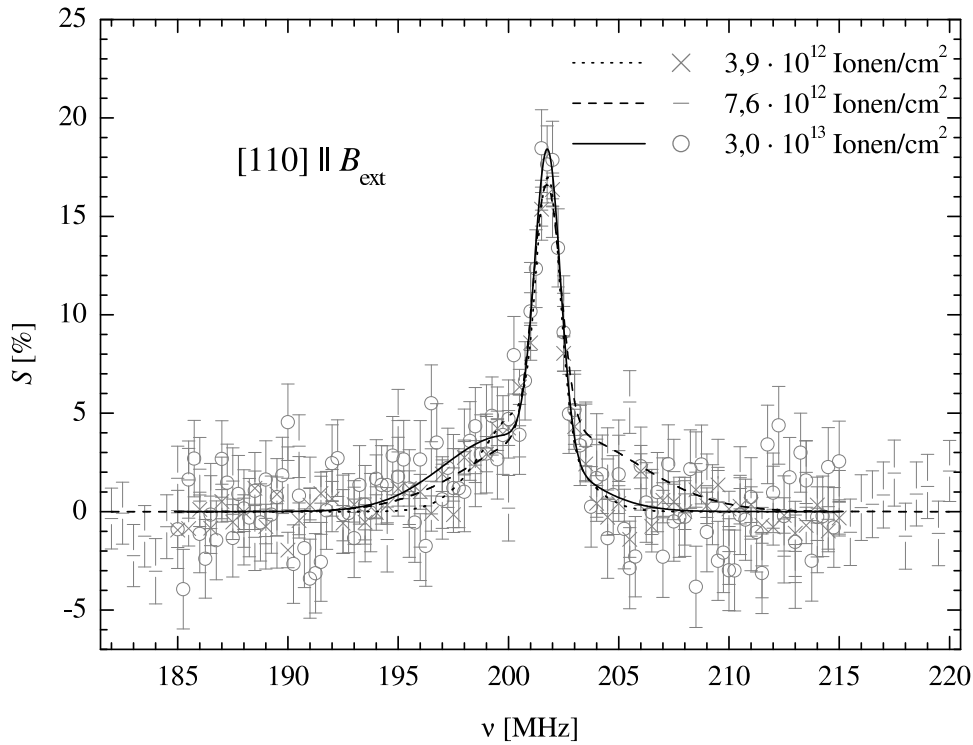


Abbildung 4.17: NMR/ON-Resonanzspektren für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert. Der Offset ist subtrahiert und die Amplitude der Resonanz aus Experiment #305 ($3 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm²) um dem Faktor 2 vergrößert dargestellt.

Grund, bei gleicher Resonanzbreite, die Amplitude auch die Hälfte der Amplituden der beiden Experimente #295 und #303 betragen (bei gleicher Halbwertsbreite). Da die eingestrahltete Leistung aber nicht verändert wurde, verdoppelt sich somit die Leistungsdichte (pro Frequenzintervall). Dies sollte, wenn die Resonanz bei den beiden Experimenten #295 und #303 nicht in der Sättigung war, zu einer Vergrößerung der Resonanzamplitude führen. Die doppelte Amplitude der Resonanz des Experiments #305 sollte also deutlich größer sein, als die der beiden anderen Experimente. Wie in Abbildung 4.17 zu sehen ist, ist dies aber nur marginal der Fall und innerhalb der Fehlergrenzen sind die gezeigten Amplituden gleich. Daher reichte die Leistung der eingestrahlteten Hochfrequenz schon bei den beiden Experimenten #295 und #303 zumindest annähernd zur Sättigung der Resonanz aus. Da bei allen anderen Experimenten eine deutlich schmalere Modulationsbreite verwendet worden ist, kann davon ausgegangen werden, dass auch bei diesen Experimenten die Leistung der eingestrahlteten Hochfrequenz zur Sättigung der Resonanz ausreichte.

4.5 Relaxation

Die Relaxationsmessungen wurden für jede implantierte Probe¹¹ bei dem gleichen externen Magnetfeld wie die NMR/ON-, AFP- und MAPON-Messungen durchgeführt. Zusätzlich wurde bei den drei kalt implantierten Proben der Experimente #304, #305 und #306 ($[100]'$, $[110]$ bzw. $[111] \parallel B_{\text{ext}}$) das Relaxationsverhalten in Abhängigkeit von dem äußeren Feld gemessen. Das Relaxationsverhalten kann auf verschiedene Weisen beschrieben werden. Zum einen kann die vollständige Theorie (siehe Abschnitt 1.3) verwendet werden und eine „Multiexponentialfit“ durchgeführt werden, zum Anderen kann eine einzelne Exponentialfunktion („Singleexponentialfit“) an die relative Zerstörung der Anisotropie angepasst werden, um so die effektive Relaxationszeit T_1' zu ermitteln. Bei einem „Multiexponentialfit“ wird das Relaxationsverhalten durch die Korringakonstante C_K beschrieben. Des Weiteren hängt das Relaxationsverhalten noch von der Proben temperatur T , die bei diesen Messungen zwischen 8 und 10 mK lag, und der Hyperfeinwechselwirkung in Form der Wechselwirkungstemperatur T_{int} ab.

Bei den „Warm“- bzw. „Kalt“-Experimenten wurde die Hochfrequenz 201,9 MHz bzw. 200 MHz mit einem Hub von $\pm 0,4$ MHz bzw. ± 6 MHz moduliert. Bei den Relaxations-Experimenten wurde jeweils das gleiche externe Magnetfeld wie bei den NMR/ON-Messungen verwendet (siehe Abschnitt 4.4). Abbildung 4.18 zeigt exemplarisch die Relaxation der 619 keV-Anisotropie ($\theta = 0^\circ$) aus dem Experiment #304 ($[100]'$ $\parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert) für zwei verschiedene externe Magnetfelder. Der theoretische Verlauf ist mit einem „Multiexponentialfit“ ermittelt worden. Im Vergleich dazu, zeigt Abbildung 4.19 die Relaxation der relativen Zerstörung der Anisotropie (gewichteter Mittelwert aus allen γ -Anisotropien des Experiments #304 für alle Beobachtungsrichtungen), an die eine einfache Exponentialfunktion angepasst wurde. Durch die in Bezug auf den Effekt deutlich kleineren Fehler der relativen Zerstörung der Anisotropie bei dem kleineren externen Magnetfeld ist die Abweichung von der einfachen Exponentialfunktion hier gut zu erkennen, bei dem größeren externen Magnetfeld jedoch nicht. Gegenüber der Exponentialfunktion relaxieren die Kerne effektiv zunächst etwas langsamer — die Messpunkte liegen über der Exponentialfunktion — und anschließend effektiv etwas schneller. Einige Autoren versuchen diese Abweichung zu umgehen und passen nur den unteren Teil der Relaxationskurve an [Kle86, S. 613]. Diese Vorgehensweise wurde hier nicht gewählt, da

¹¹Bei den Experimenten #288 und #295 wurden keine Relaxationsmessungen durchgeführt.

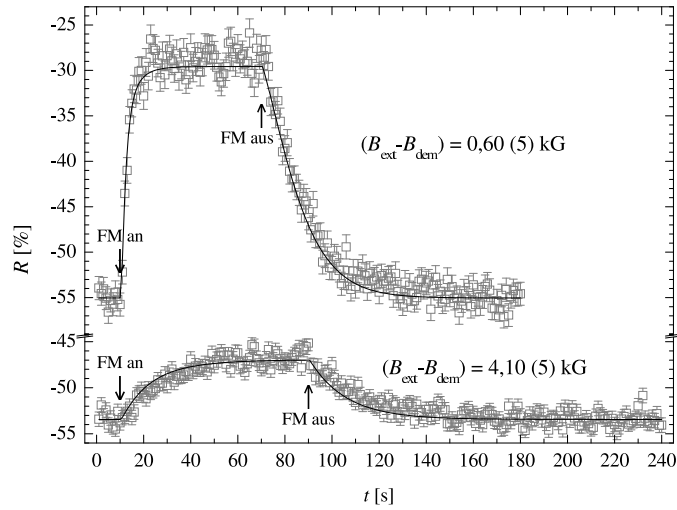


Abbildung 4.18: Die Abbildung zeigt das Relaxationsverhalten der 619 keV-Anisotropie ($\theta = 0^\circ$) für zwei verschiedene externe Magnetfelder und die mit einem „Multiexponentialfit“ angepassten Theoriefunktionen. Die Pfeile zeigen die Zeitpunkte, bei denen die Frequenzmodulation (FM) an- bzw. ausgeschaltet wurde. Die Daten stammen aus dem Experiment #304 ($[100]'$ $\parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert).

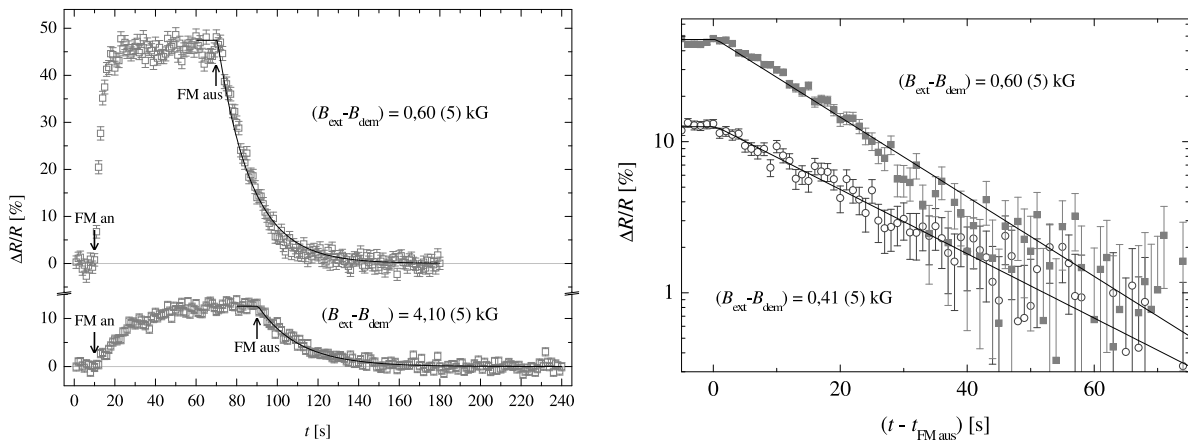


Abbildung 4.19: Die Abbildungen zeigen das Relaxationsverhalten der relativen Zerstörung der Anisotropie (gewichteter Mittelwert aus allen γ -Anisotropien für alle Beobachtungsrichtungen) und die mit einem „Singleexponentialfit“ angepassten Theoriefunktionen (links linear, rechts logarithmisch). Die Pfeile im linken Diagramm zeigen die Zeitpunkte, bei denen die Frequenzmodulation (FM) an- bzw. ausgeschaltet wurde. Im rechten Diagramm ist das Ausschalten der Frequenzmodulation als Zeitnullpunkt gewählt. Die Daten stammen aus dem Experiment #304 ($[100]'$ $\parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert).

die effektive Relaxationszeit T_1' zur Auswertung der NMR/ON-Messungen benötigt wurde und diese Zeit nicht einen Teil des Zurückrelaxierens in das thermische Gleichgewicht besonders gut beschreiben soll und dafür einen anderen Teil um so schlechter, sondern das komplette Verhalten gleichmäßig „gut oder schlecht“ wiedergeben soll.

Abbildung 4.20 zeigt die Abhängigkeit der Korringakonstante aus der vollen Auswertung vom effektiven externen Magnetfeld für die drei prinzipiellen Kristallrichtungen. Die von den Kerneigenschaften unabhängige Relaxationsrate ist in Abbildung 4.21 dargestellt. Dabei sind auch die Werte aus den AFP-Messungen eingezeichnet. Sie stimmen bis auf zwei Punkte sehr gut mit denen aus den Relaxationsmessungen überein. Für alle drei Richtungen fällt die Relaxationsrate zu hohen Magnetfeldern hin ab und nähert sich asymptotisch dem Hochfeldwert. Bei den Richtungen der harten Magnetisierung ($[110]$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$) ist bei niedrigen Magnetfeldern ein Maximum zu erkennen. Dabei ist die Relaxationsrate im Maximum in der $[111]$ -Richtung ca. 5-mal größer als der Hochfeldwert, in der $[110]$ -Richtung ca. 3-mal größer als der Hochfeldwert. In der $[100]'$ -Richtung ist ein solches Maximum nicht zu erkennen. Im Vergleich mit den Magnetisierungskurven (siehe Abbildung 4.11) fällt auf, dass die Maxima der Relaxationsrate mit dem „Knick“ der Magnetisierungskurve übereinstimmen. Das Drehen der Magnetisierung scheint die Relaxation zu verstärken, so dass die Relaxationsrate zunimmt, bis die Magnetisierung in die Richtung des äußeren Feldes zeigt. Ab diesem Punkt nimmt die Relaxationsrate ab. Da bei der $[100]'$ -Richtung die Magnetisierung auch aus der $[100]$ -Richtung herausgedreht wird, müßte auch hier beim Verlauf der Relaxationsrate ein Maximum zu erkennen sein. Im Vergleich mit der Magnetisierungskurve ist jedoch zu sehen, dass die Relaxationsrate nicht über den „Knick“ hinaus bestimmt wurde und somit das eventuell vorhandene Maximum nicht erkennbar sein kann. Im Bereich $B_{\text{ext}} \approx B_{\text{dem}} + B_a$ dreht sich die Magnetisierung deutlich schneller als bei kleineren Magnetfeldern, sie kann sogar einen „Sprung“ machen [See99a, S. 273]. In dieser „instabilen Position“ der Magnetisierung ist die Relaxation verstärkt. Bei höheren Magnetfeldern werden die Spins immer stärker „festgehalten“, so dass die Relaxationsrate zurückgeht. Der „Sprung“ der Magnetisierung ist bei Einbau der $[111]$ -Richtung $\parallel B_{\text{ext}}$ ($\{110\}$ -Ebene) größer als bei Einbau der $[110]$ -Richtung $\parallel B_{\text{ext}}$ ($\{100\}$ -Ebene) [See99a, S. 273], was das stärker ausgeprägte Maximum der $[111]$ -Richtung erklären kann. Ein genauere Einbau des Einkristalls mit $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ für die beiden Experimente #303 (Dosis = $3,9 \cdot 10^{12}$ Ionen/cm²) und #308 (Dosis = $2,7 \cdot 10^{12}$ Ionen/cm²) als

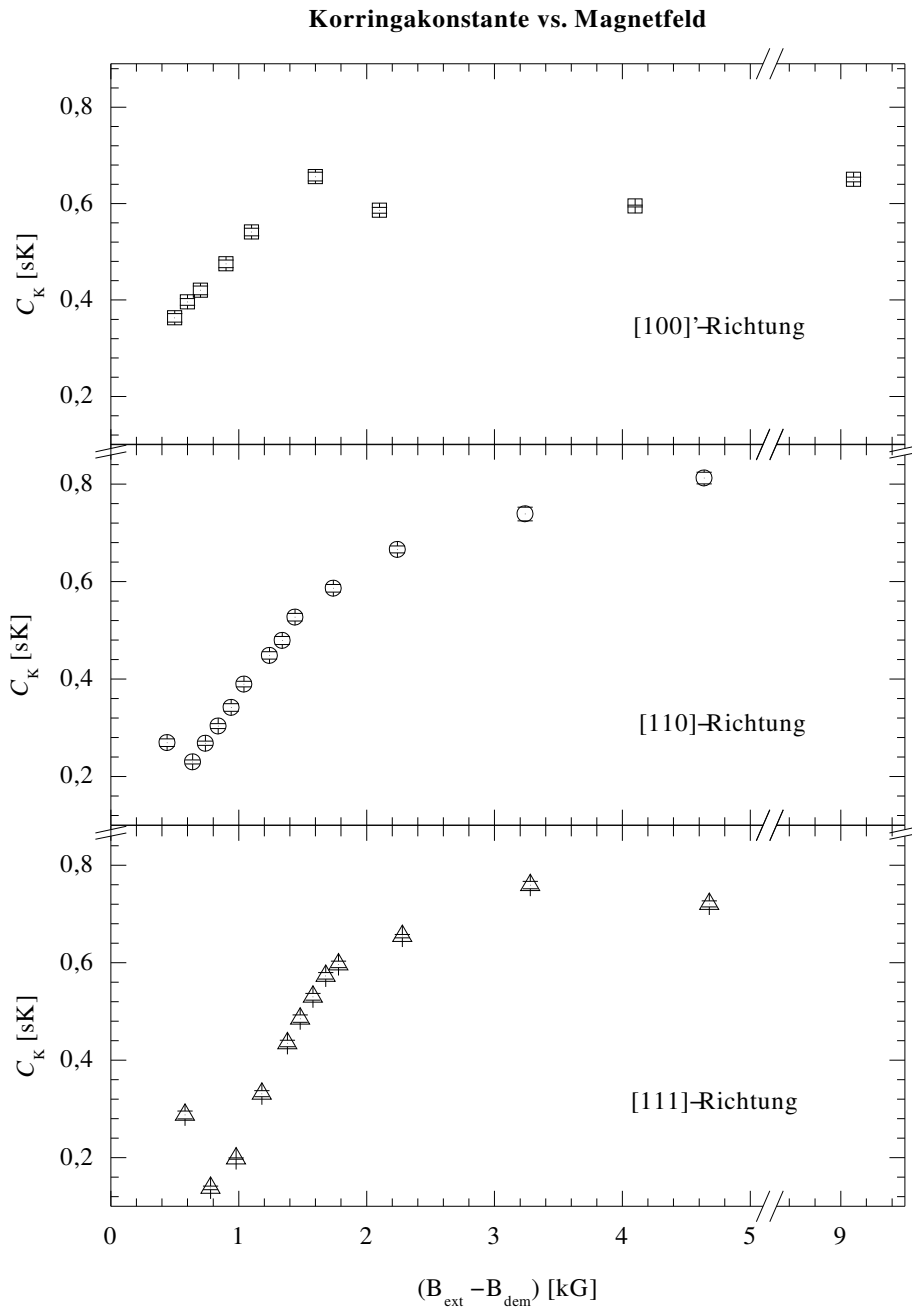


Abbildung 4.20: Korringakonstante C_K in Abhängigkeit vom effektiven externen Magnetfeld für die drei prinzipiellen Kristallrichtungen [100]', [110] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$. Alle Messungen wurden an kalt implantierten Proben durchgeführt (Experimente #304, #305 und #306).

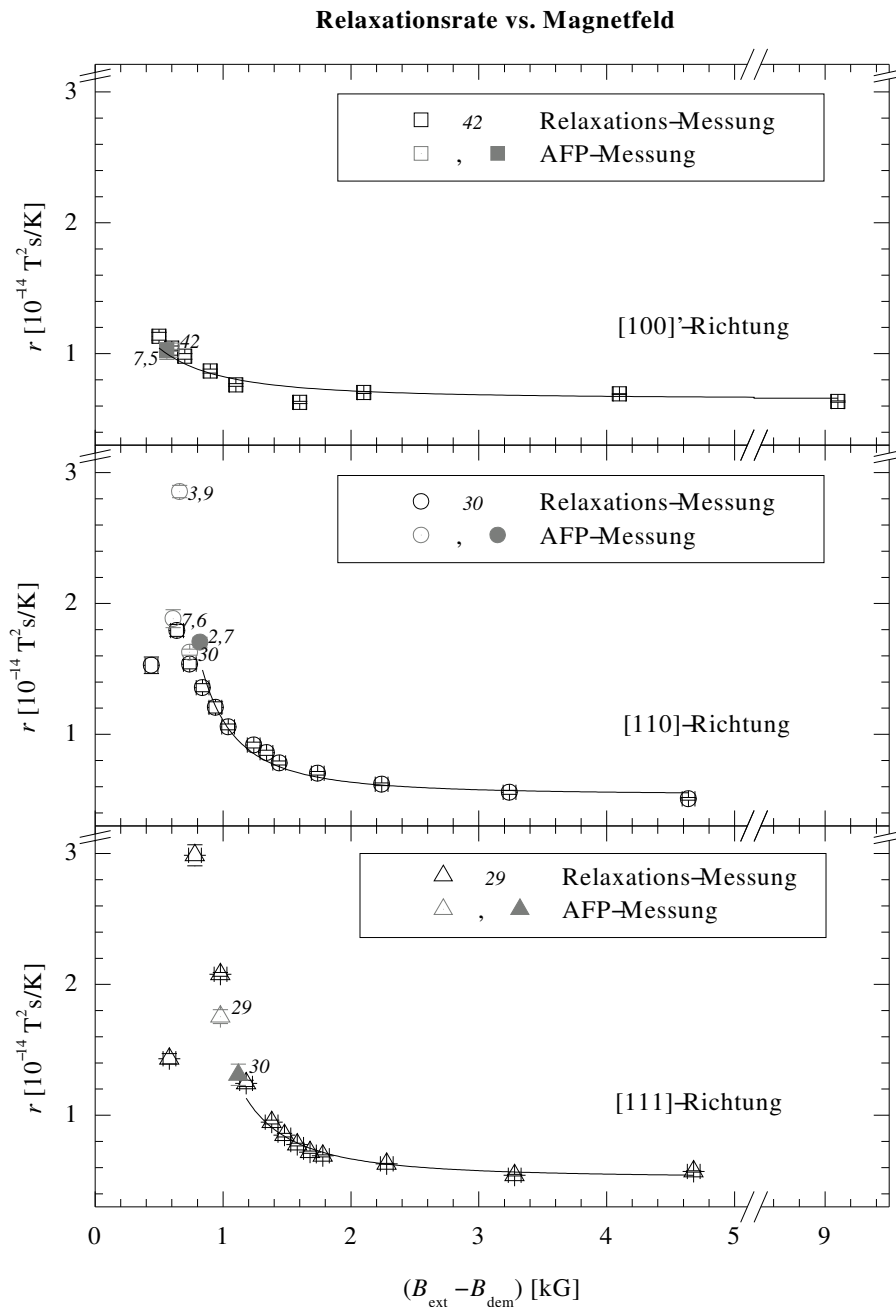


Abbildung 4.21: Relaxationsrate r versus effektives externes Magnetfeld für die drei prinzipiellen Kristallrichtungen $[100]'$, $[110]$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$. Die schwarz dargestellten Punkte sind aus den Relaxationsmessungen gewonnen worden, die grauen Punkte stammen aus den in Abschnitt 4.6 beschriebenen AFP-Messungen. Die Kurven sind die nach Gleichung 4.3 an den abfallenden Teil angepassten Theoriefunktionen. Die Zahlen neben den Symbolen geben die Implantationsdosis in 10^{12} Ionen/ cm^2 an. Die offenen Symbole stehen für kalt implantierte, die vollen Symbole für warm implantierte Proben.

beim Experiment #305 könnte ein Grund für die höheren Werte der Relaxationsrate im Bereich des Maximums sein. Die Hochfeldwerte $r_{\infty,[100]} = 6,6(2) \cdot 10^{-15} \text{ T}^2\text{sK}^{-1}$, $r_{\infty,[110]} = 5,4(2) \cdot 10^{-15} \text{ T}^2\text{sK}^{-1}$ und $r_{\infty,[111]} = 5,2(1) \cdot 10^{-15} \text{ T}^2\text{sK}^{-1}$, die für die drei Richtungen prinzipiell gleich sein sollten, weichen signifikant voneinander ab; jedoch sind die Unterschiede im Vergleich zu denen bei niedrigen Feldern sehr klein. Eine Erklärung für diese signifikante Abweichung konnte nicht gefunden werden. Die Hochfeldwerte sind mit dem phänomenologischen Modell [See04]

$$r = r_{\infty} + c_r \cdot \eta^2 \quad (4.3)$$

bestimmt worden. Dabei sind η die Hochfrequenzverstärkung (siehe Gleichungen 1.47 und 1.48) und c_r ein Skalierungsfaktor. Der gemeinsame (gewichteter Mittelwert) Hochfeldwert der Relaxationsrate von $^{82}\text{BrFe}$ $r_{\infty} = 5,7(4) \cdot 10^{-15} \text{ T}^2\text{sK}^{-1}$ liegt wie alle anderen Werte der Relaxationsrate deutlich über der Relaxationsrate für polykristalline Folien von $r_{\infty,\text{polykrist.}} = 4,4(3) \cdot 10^{-15} \text{ T}^2\text{sK}^{-1}$ bei einem effektiven äußeren Feld von 0,807 kG [Däm89, S. 30]. Jedoch zeigte schon W. HAAKS für ^{131}IFe , dass sich die Relaxationszeit in polykristallinen Folien für niedrige effektive äußere Magnetfelder stark von der in Einkristallen unterscheiden kann [Haa80, S. 76 ff.] und erklärte dies qualitativ dadurch, dass die Relaxationsrate bei tiefen Temperaturen in Domänenwänden größer als in den Domänen selbst ist [Weg62], [Str64]. Da in der Regel bei niedrigen äußeren Magnetfeldern mehr Domänen vorhanden sind als bei höheren Feldern, nimmt auch der Volumenanteil der Domänenwände bei niedrigen äußeren Magnetfeldern zu und somit erhöht sich auch die Relaxationsrate. Frühere Messungen von H.D. RÜTER *et al.* an ^{131}IFe [RHD+81] ergaben die gleiche Größenordnung und einen ähnlichen Verlauf für die Relaxationsrate in Abhängigkeit des äußeren Magnetfeldes. Dabei ist zu beachten, dass die Einkristalle zum Teil in anderen Ebenen geschnitten waren und somit die Maxima durchaus anders ausgeprägt sein können.

Die Relaxationszeit T_1 , die effektive Relaxationszeit T'_1 und der Tieftemperaturwert von τ_{SLR} sind in Abbildung 4.22 in Abhängigkeit vom effektiven äußeren Magnetfeld dargestellt. Entsprechend zur Relaxationsrate zeigen die Daten ein Minimum für [110] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$, sowie einen Verlauf, der sich einem Sättigungswert nähert. Die aus den Multiexponentialfits gewonnene Relaxationszeit T_1 liegt für alle Punkte deutlich über der effektiven Relaxationszeit T'_1 , wobei die beiden Zeiten bei höheren Magnetfeldern stärker voneinander abweichen. Wie in Abbildung 4.19 zu sehen ist, stimmt der Aniso-

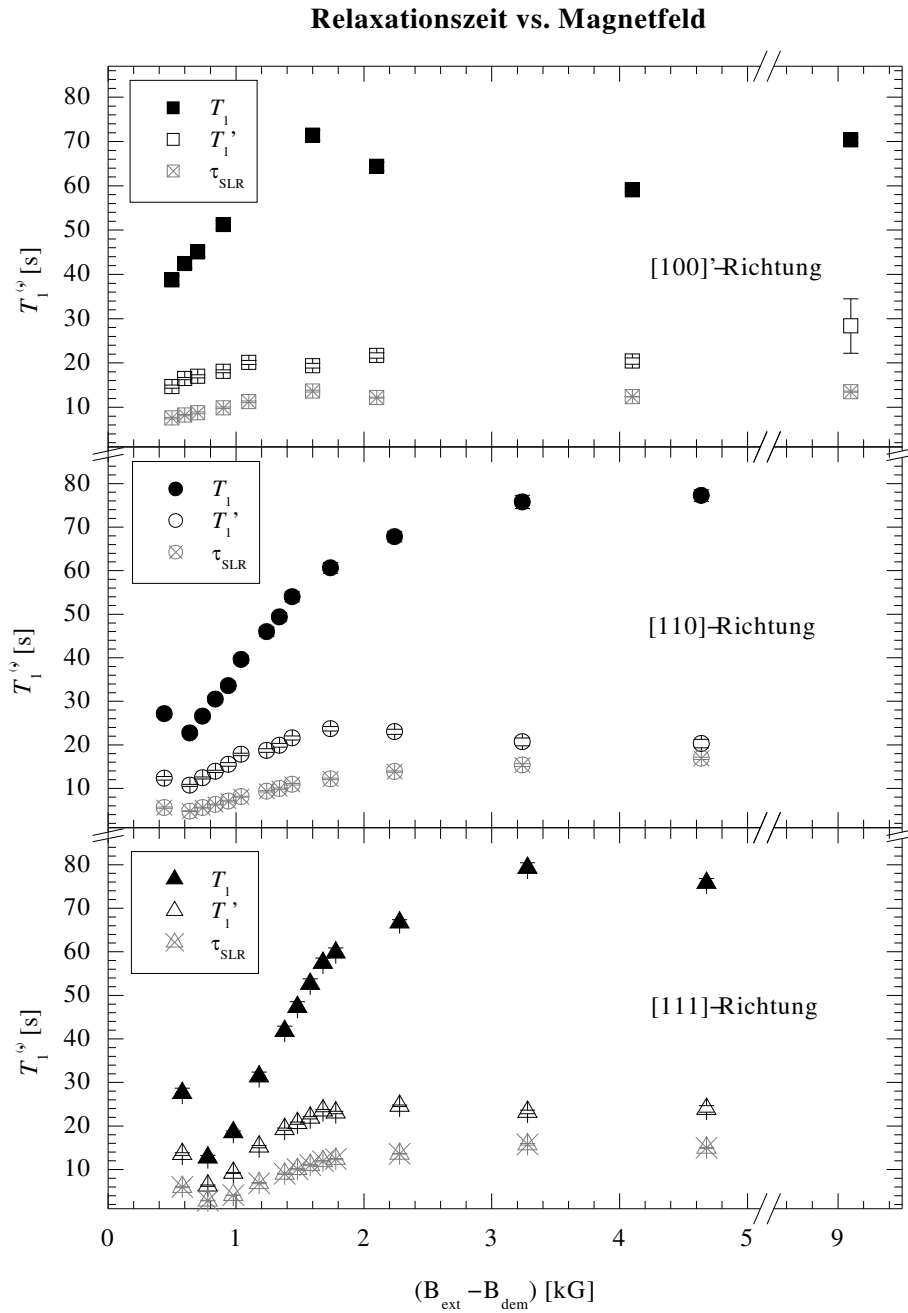


Abbildung 4.22: Relaxationszeit T_1 , effektive Relaxationszeit T_1' und Tieftemperaturkonstante τ_{SLR} versus Magnetfeld ([100]', [110] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$). Die effektive Relaxationszeit ist aus einem Singleexponentialfit gewonnen worden, während die Relaxationszeit T_1 nach Gleichung 1.40 (Multiexponentialfit) und der Tieftemperaturwert von τ_{SLR} nach Gleichung 1.42 (Multiexponentialfit) berechnet wurden.

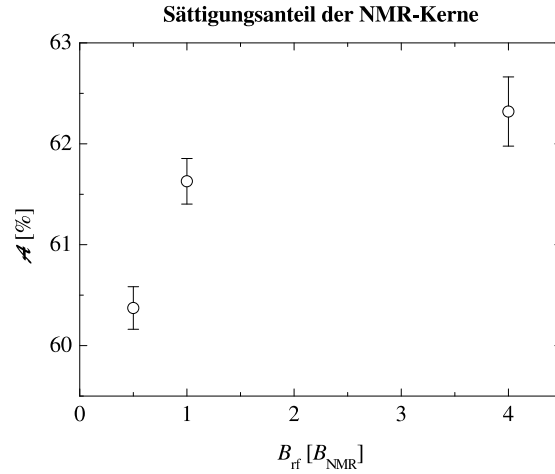


Abbildung 4.23: Anteil A der „NMR-Kerne“, die in der Sättigung resonieren in Abhängigkeit der eingestrahlten Hochfrequenzleistung B_{rf} (Exp. #303, $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert). Der Modulationshub betrug $\nu_{\text{Hub}} = \pm 6$ MHz. Die Hochfrequenzleistung ist auf die Leistung B_{NMR} , bei der die NMR/ON-Messungen durchgeführt wurden, normiert. Der Sättigungsanteil beträgt knapp über 62 %.

tropieverlauf bei einem Singleexponentialfit nicht exakt mit dem experimentellen Verlauf überein, jedoch beschreibt die effektive Relaxationszeit das Relaxationsverhalten im Mittel recht gut. Zusammen mit der Abbildung 4.22 bestätigt dies, dass die Relaxationszeit T_1 , wie F. BACON *et al.* in [BBB⁺72] erwähnten, keinen direkt Bezug zu Kernorientierungsmessungen bei tiefen Temperaturen hat. Da bei allen Messungen die Proben temperatur unter 15 mK lag, gilt für jede Messung $T \ll I \cdot T_{\text{int}}$. Daher wurde τ_{SLR} nach $\tau_{\text{SLR}} = C_K / (I \cdot T_{\text{int}})$ (siehe Gleichung 1.42) berechnet. Häufig wird die effektive Relaxationszeit T_1' als Tieftemperaturwert von τ_{SLR} interpretiert. Dies kann hier nicht bestätigt werden, denn τ_{SLR} ist im gesamten Magnetfeldbereich um den Faktor 1,2 bis 2,3 größer als die effektive Relaxationszeit T_1' . Jedoch stellt der Tieftemperaturwert von τ_{SLR} eine deutlich bessere Näherung für das Relaxationsverhalten der Anisotropie bei Tieftemperatur-Kernorientierungs-Experimenten dar, als die Relaxationszeit T_1 .

Beim Experiment #303 ($[110] \parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert) wurde das Relaxationsverhalten für drei verschiedene Hochfrequenzleistungen gemessen: bei der Leistung B_{NMR} , bei der auch die anderen NMR/ON-Messungen durchgeführt worden sind und bei der halben bzw. vierfachen Leistung. Dadurch variierte die Gleichgewichtstemperatur zwischen ca. 9 und 13 mK, die Relaxationsrate und die effektive Relaxationszeit hingegen blieben konstant. Abbildung 4.23 zeigt den Anteil der „NMR-Kerne“, die in der Sättigung reso-

nieren, in Abhängigkeit von der Leistung der eingestrahlten Hochfrequenz. Der Modulationshub betrug bei den Messungen $\nu_{\text{Hub}} = \pm 6$ MHz, also 12 MHz Modulationsbreite. Dadurch ist die Leistungsdichte (pro Frequenzintervall) deutlich niedriger als die bei den NMR/ON-Messungen (vergleiche Tabelle 4.3). Trotzdem liegt der Anteil der resonierten Kerne ebenfalls bei ca. 60 % und steigt bei der vierfachen Leistung gegenüber der „NMR-Leistung“ B_{NMR} nur unmerklich an. Daher kann davon ausgegangen werden, dass die Leistung B_{NMR} bereits annähernd zur Sättigung der Resonanz ausreichte. Da bei den NMR-Messungen ein deutlich (mindestens um den Faktor 12) geringerer Modulationshub verwendet wurde, als bei den Relaxationsmessungen, war die Leistungsdichte bei den NMR/ON-Messungen entsprechend größer. Dies bestätigt die Behauptung am Ende des Abschnitts 4.4, dass die bei den NMR/ON-Messungen eingestrahlte Hochfrequenzleistung zur Sättigung der Resonanz ausreichte.

4.6 AFP

An die AFP-Daten wurden für jedes Experiment die Theoriefunktionen simultan an alle Verläufe der Anisotropie der verschiedenen γ -Linien und Beobachtungsrichtungen für Sweep UP und Sweep DOWN angepasst. Die Einstellungen, die bei den verschiedenen AFP-Messungen verwendet worden sind, sind in Tabelle 4.6 aufgeführt. Dabei

Exp. #	Impl.-temp.	Einbau-richtung	ν_{IFR} [MHz]	ν_{Hub} [MHz]	t_{Sweep} [s]	$d\omega/dt$ [MHz/s]
288	warm	[100]'	202,0	1,25	2	1,25
308		[110]	201,9	0,4	1	0,8
316		[111]	201,9	0,4	1	0,8
304	kalt	[100]'	200,0	6,0	1	12,0
303		[110]	200,0	6,0	1	12,0
295		[110]	201,0	2,0	2	2,0
305		[110]	200,0	6,0	1	12,0
306		[111]	200,0	6,0	1	12,0

Tabelle 4.6: Einstellungen der AFP-Messungen. Die Hochfrequenz durchlief bei einem Sweep UP die Frequenzen von $\nu_{\text{IFR}} - \nu_{\text{Hub}}$ bis $\nu_{\text{IFR}} + \nu_{\text{Hub}}$ bzw. bei einem Sweep DOWN in umgekehrter Richtung. Die verwendete Leistung der Hochfrequenz variierte bei den verschiedenen Experimenten. Bei den AFP-Experimenten wurde jeweils das gleiche externe Magnetfeld wie bei den NMR/ON-Messungen verwendet (siehe Abschnitt 4.4).

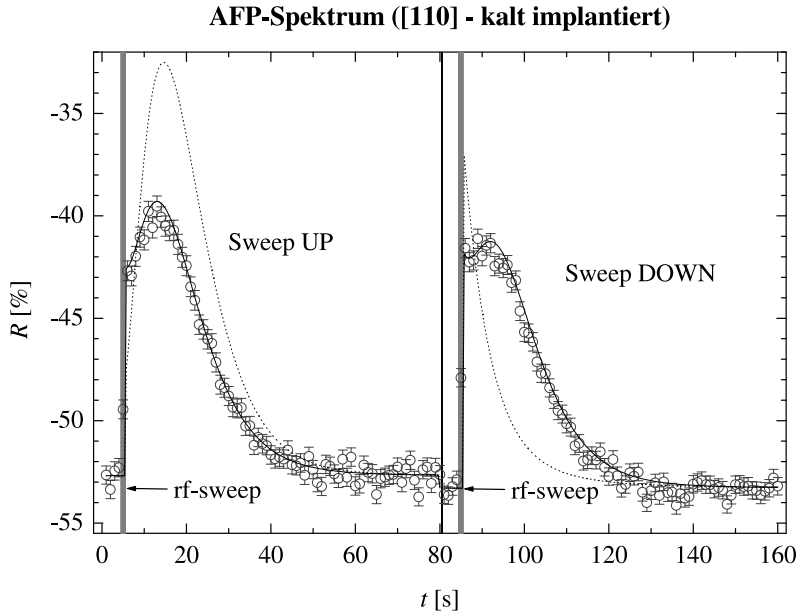


Abbildung 4.24: AFP-Spektrum der 619 keV-Linie für einen Beobachtungswinkel $\theta = 0^\circ$ (Exp. #305, [110] $\parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert). Die durchgezogene Linie entspricht der angepassten Theoriefunktion. Die gepunktete Linie zeigt den theoretischen Verlauf für einen Anteil der „NMR-Kerne“ mit positiver Quadrupolaufspaltung von $A_{\Delta\nu_Q>0} = 100\%$. Die Messungen mit Sweep UP und Sweep DOWN sind getrennt voneinander durchgeführt worden, sie sind nur zur besseren Darstellung hintereinander „auf eine fortlaufende Zeitachse gelegt worden“. Der grau unterlegte Bereich entspricht jeweils der Zeit, in der die Frequenz über die Resonanz hinweggefahren wurde (Sweep).

ist der Sweepbereich durch die Frequenzen $\nu_{\text{IFR}} - \nu_{\text{Hub}}$ bis $\nu_{\text{IFR}} + \nu_{\text{Hub}}$ gekennzeichnet (siehe auch Anhang C). Die Basistemperatur der AFP-Messungen lag im Bereich von 7 bis 10,5 mK. Abbildung 4.24 zeigt das AFP-Spektrum aus Experiment #305 ([110] $\parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert) der 619 keV-Linie (0° -Detektor). Die durchgezogene Linie stellt die angepasste Theoriefunktion dar. Zusätzlich ist der theoretische Verlauf für einen Anteil der „NMR-Kerne“ mit positiver Quadrupolaufspaltung $A_{\Delta\nu_Q>0} = 100\%$ (und ansonsten gleichen Parametern wie die angepasste Theoriefunktion) als gepunktete Linie eingezeichnet. Dadurch wird klar, wie gering der Unterschied zwischen dem gemessenen Verlauf der Anisotropie für Sweep UP und Sweep DOWN ist. Dies zeigt, dass eine sehr hohe Statistik benötigt wird, um diese Unterschiede signifikant bestimmen zu können und verdeutlicht die hohe Anforderung an die Probenherstellung in Bezug auf die Effizienz der Implantation. Die kompletten Ergebnisse der Anpassung der Theoriefunktionen sind in Tabelle 4.7 dargestellt. Bei einigen Experimenten wurde der Verlauf der Aniso-

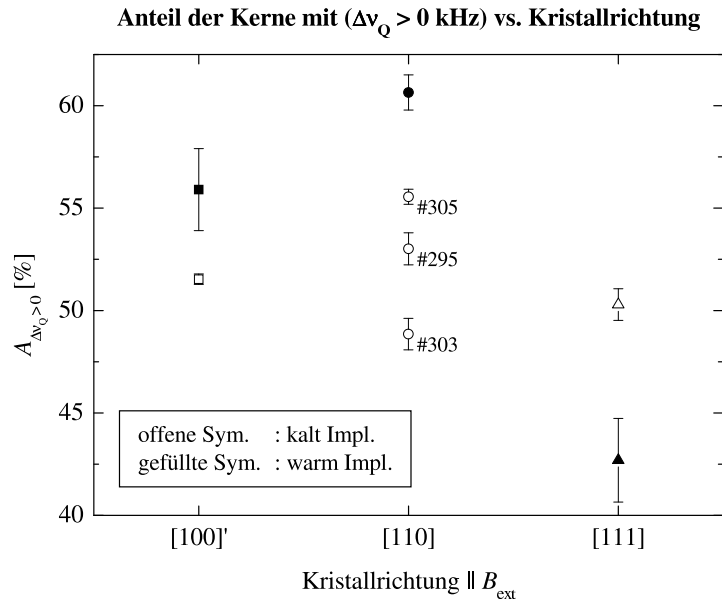


Abbildung 4.25: Anteil der „NMR-Kerne“ mit positiver Quadrupolaufspaltung ($A_{\Delta\nu_Q > 0}$) versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Setzt sich die Quadrupolaufspaltungsverteilung jeweils nur aus einer Gaußverteilung zusammen, so sind diese Verteilungen sehr breit (siehe Unterabschnitt 1.5.3) und deren MAPON-Spektren extrem unempfindlich auf die genaue Lage der Mittenfrequenzen.

tropie nur unter Hinzunahme des Parameters T_E hinreichend gut wiedergegeben. Dabei wurde insbesondere Wert darauf gelegt, dass der Verlauf der Anisotropie direkt nach dem Sweep möglichst gut wiedergegeben wurde, denn in diesem Bereich unterscheiden sich die AFP-Spektren für Sweep UP und Sweep DOWN am stärksten (siehe Abbildung 4.24).

Der Anteil der „NMR-Kerne“ mit positiver Quadrupolaufspaltung ist in Abbildung 4.25 in Abhängigkeit von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$ dargestellt. Dabei ist für die „Kalt“-Experimente keine Abhängigkeit von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$ zu erkennen. Bei den warm implantierten Proben hingegen liegt $A_{\Delta\nu_Q > 0}$ für [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ deutlich unterhalb der Anteile für [100]' und [110] $\parallel B_{\text{ext}}$. Jedoch legt die starke Streuung der Daten für kalt implantierte Proben mit [110] $\parallel B_{\text{ext}}$ nahe, dass die Probenherstellung und Probenbeschaffenheit eine entscheidende Rolle spielen. Des Weiteren lag bei der warm implantierten Probe und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ die obere Grenze des AFP-Sweepbereichs deutlich im Bereich der Resonanz (siehe Abbildung C.1), so dass ein Teil der Kerne keine Umbesetzung erfahren hat. Dies kann ein Grund für den tieferliegenden Wert von $A_{\Delta\nu_Q > 0}$ für [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ sein. Letztendlich streuen alle Werte für $A_{\Delta\nu_Q > 0}$ um 50 %, wobei die Anteile der „NMR-Kerne“

Exp. #	C_K [sK]	A	$A_{\Delta\nu_Q>0}$ [%]	A_{Sweep} [%]	T_E [mK]
288	0,404 (25)	0,173 (252)	55,9 (2,0)	99 (24)	3.2 (9)
308	0,242 (5)	0,062 (1)	60,6 (1)	100 (—)	—
316	0,341 (20)	0,040 (3)	42,7 (2,0)	88 (3)	—
304	0,401 (3)	0,090 (1)	51,53 (3)	73 (1)	—
303	0,144 (2)	0,080 (3)	48,8 (1)	100 (—)	6,6 (1)
295	0,219 (8)	0,066 (8)	53,0 (1)	99 (17)	0,9 (8)
305	0,253 (4)	0,096 (6)	55,55 (4)	85 (4)	1,4 (3)
306	0,235 (7)	0,052 (3)	50,3 (3)	95 (10)	2,2 (5)

Tabelle 4.7: AFP-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Bei den Experimenten #308, #316 und #304 wurden die AFP-Daten auch ohne eine mögliche Erwärmung während des Sweeps hinreichend gut beschrieben.

mit positiver Quadrupolaufspaltung für die warm implantierten Proben stärker von 50 % abweichen als die für kalt implantierte Proben. Wie im Unterabschnitt 1.5.3 schon erwähnt, tritt bei $\Gamma_Q \gtrsim 1,3 \cdot |\Delta\nu_Q|$ (dies entspricht $5\% \lesssim A_{\Delta\nu_Q>0} \lesssim 95\%$) das Problem auf, dass die MAPON-Spektren extrem unempfindlich auf die genaue Lage der Mittenfrequenz sind. Setzen sich die jeweiligen Quadrupolaufspaltungsverteilungen aus nur einer Gaußkomponente zusammen, so werden die zugehörigen MAPON-Spektren genau diese Unempfindlichkeit aufweisen (siehe nächster Abschnitt). Des Weiteren zeigen die Daten keine Abhängigkeit von der Implantationsdosis (nicht als Diagramm dargestellt).

4.7 MAPON

Die MAPON-Messungen wurden jeweils zu Beginn eines Experimentes durchgeführt, da für sie die größte Statistik benötigt wurde. Die verwendeten Einstellungen sind in Tabelle 4.8 aufgeführt. Bei einem Sweep UP durchlief die Trägerfrequenz ν_C (siehe Unterabschnitt 1.5.3) den Frequenzbereich von $\nu_{\text{IFR}} - \nu_{\text{Hub}}$ bis $\nu_{\text{IFR}} + \nu_{\text{Hub}}$ (bei einem Sweep DOWN in umgekehrter Richtung), wobei die Trägerfrequenz mit der jeweiligen Modulationsfrequenz ν_{mod} amplitudenmoduliert wurde und in die beiden Hauptfrequenzen $^1\nu_{\text{rf}} = \nu_C + \nu_{\text{mod}}$ und $^2\nu_{\text{rf}} = \nu_C - \nu_{\text{mod}}$ (mit dem festen Abstand $\Delta\nu = 2\nu_{\text{mod}}$) „aufgeteilt“ wurde. Da für ein MAPON-Spektrum die relative Zerstörung der Anisotropie in Abhängigkeit vom Frequenzabstand $\Delta\nu$ gemessen wird, verändert sich für jeden Messpunkt

Exp. #	Impl.-temp.	Einbau-richtung	ν_{IFR} [MHz]	ν_{Hub} [MHz]	t_{Sweep} [s]	$d\omega/dt$ [MHz/s]	P_{Map} [P_0]
288	warm	[100]'	202,0	1,25	2	1,25	1,8
308		[110]	201,9	1,5	1	3,0	1,0
316		[111]	201,9	1,5	1	3,0	1,0
304	kalt	[100]'	200,0	6,0	1	12,0	1,0
303		[110]	200,0	6,0	1	12,0	5,0
305		[110]	200,0	6,0	1	12,0	1,0
306		[111]	200,0	6,0	1	12,0	1,0

Tabelle 4.8: Einstellungen der MAPON-Messungen. Auf Grund des variierenden Frequenzabstandes $\Delta\nu$ verändert sich der effektive Sweepbereich für jede Modulationsfrequenz ν_{mod} (siehe Anhang C). Die verwendete Leistung P_{Map} pro Hauptfrequenz ist in relativen Einheiten angegeben und stellt nur eine ungefähre Angabe dar. Die Basistemperatur lag im Bereich von 8 mK bis 11 mK. Bei den MAPON-Experimenten wurde jeweils das gleiche externe Magnetfeld wie bei den NMR/ON-Messungen verwendet (siehe Abschnitt 4.4).

aus dem MAPON-Spektrum der effektive Sweepbereich (da sich $\Delta\nu$ ändert). Dies spielt jedoch nur eine Rolle, wenn sich die tatsächlich vorhandene Hyperfeinwechselwirkungsfrequenzverteilung bis in die Randgebiete des Sweepbereichs erstreckt (siehe Anhang C). Da die NMR/ON-Messungen jeweils erst gegen Ende eines Experimentes durchgeführt wurden (für die MAPON-, AFP- und Relaxations-Messungen wurde eine höhere Statistik benötigt), konnten die Einstellungen des Sweepbereichs erst im Nachhinein überprüft werden. Wie in Abbildung C.1 zu erkennen ist, wurde der Sweepbereich beim Experiment #316 (kalt implantiert, [111] || B_{ext}) etwas knapp gewählt und das obere Ende des AFP-Sweepbereichs liegt merklich in der NMR/ON-Resonanz.

Die kompletten MAPON-Spektren mit den nach Gleichung 3.24 angepassten Theoriefunktionen sind in Abbildung 4.26 dargestellt. Tabelle 4.9 zeigt die MAPON-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Auf Grund der extremen Breite der MAPON-Spektren sind diese auf die exakte Lage der Mittenfrequenz äußerst unempfindlich. Daher sind alle Mittenfrequenzen fest auf $\Delta\nu_{Q_i} = 0$ kHz gesetzt, denn der Versuch, diese mit anzupassen, resultierte in riesigen Fehlern der Halbwertsbreiten und Mittenfrequenzen. Wie die Abbildung 4.26 zeigt, lassen sich die MAPON-Spektren auch mit Verteilungen um Null herum sehr gut wiedergeben. Bei allen Diagrammen in Abbildung 4.26 ist die gleiche Skalierung für die Ordinate und Abszisse gewählt, wobei das untere Ende der Ordinate gleich dem jeweiligen Offset c aus Tabelle 4.9 ist. So sind die Kurven in ihrer Form und

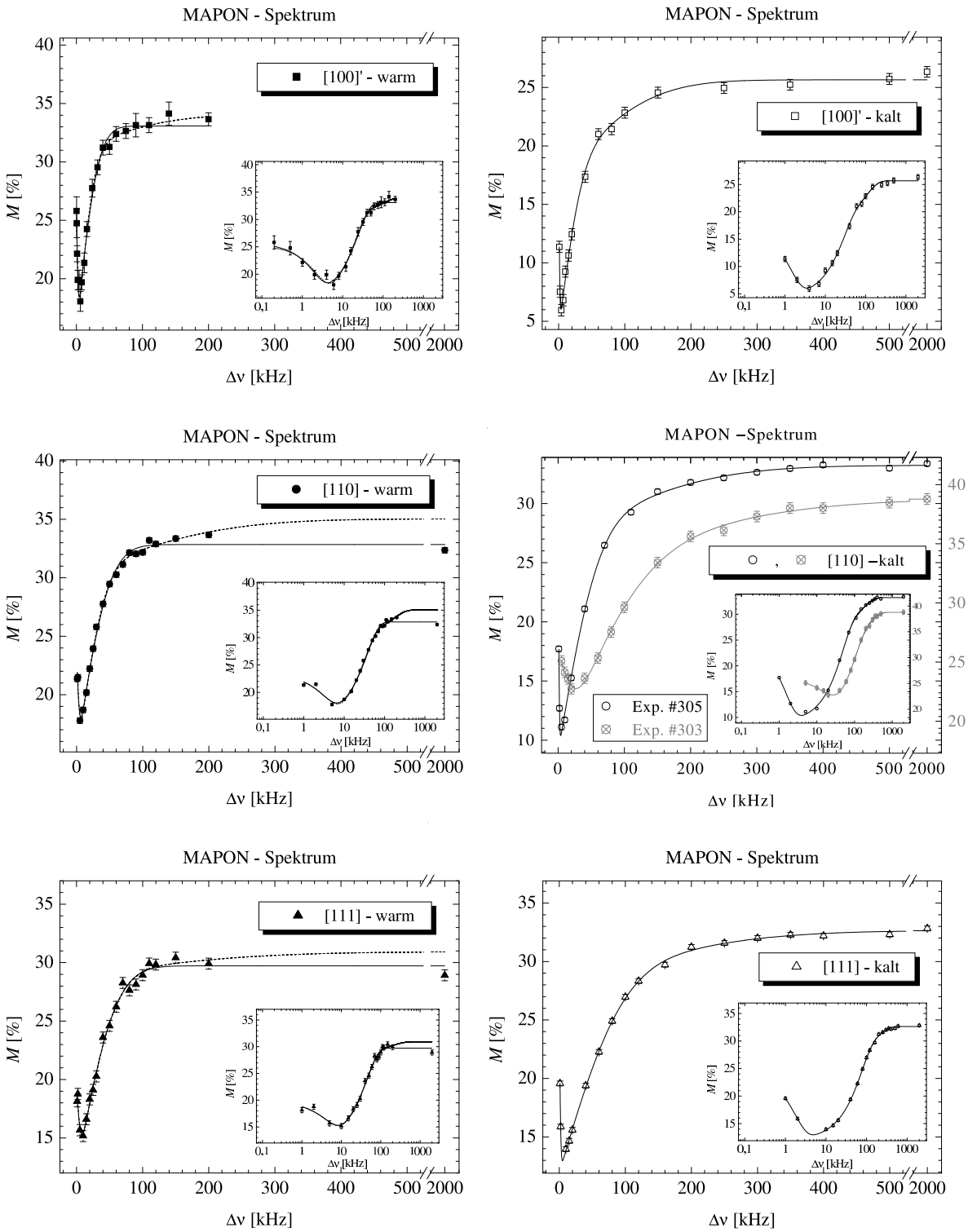


Abbildung 4.26: MAPON-Spektren der warm und kalt implantierten Proben für die drei prinzipiellen Kristallrichtungen [100]', [110] und [111] || B_{ext} . Die durchgezogene Linie entspricht der jeweiligen angepassten Theoriefunktion. Zur gepunkteten Linie siehe Text. Das jeweilige Insert zeigt das entsprechende MAPON-Spektrum mit einer logarithmisch skalierten Abszisse.

Exp. #	A_1 [%]	Γ_{Q_1} [kHz]	A_2 [%]	Γ_{Q_2} [kHz]	c [%]	A_{AFP} [%]	Γ_{PB} [kHz]
288	17,5 (8)	59 (4)	—	—	15,6 (8)	20 (2)	2,6 (2)
308	17,8 (6)	90 (5)	—	—	15,1 (7)	17 (2)	4,5 (2)
316	17,8 (7)	108 (6)	—	—	12,0 (7)	16 (2)	6,2 (3)
304	13,1 (2,1)	66 (11)	8,3 (2,2)	252 (59)	4,3 (6)	27 (5)	1,8 (2)
303	14,6 (4,6)	231 (61)	6,8 (5,2)	573 (238)	17,3 (1,8)	18 (3)	26,7 (3)
305	17,9 (1,3)	111 (8)	6,4 (1,2)	402 (67)	8,9 (3)	33 (3)	1,8 (1)
306	15,9 (1,4)	173 (10)	4,8 (1,4)	480 (89)	11,9 (2)	25 (1)	2,2 (1)

Tabelle 4.9: MAPON-Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die Parameter sind in Tabelle 3.6 erläutert. Die MAPON-Spektren der „Warm“-Experimente können mit nur einer Quadrupol-aufspaltungsfrequenzverteilung hinreichend gut beschrieben werden, während bei den „Kalt“-Experimenten mindestens zwei Verteilungen notwendig sind. Dabei sind die Mittenfrequenzen fest auf $\Delta\nu_{Q_i} = 0$ kHz festgehalten.

Lage direkt miteinander vergleichbar. Das stärkere Power Broadening durch die höhere verwendete Hochfrequenzleistung beim Experiment #303 ist sehr gut zu erkennen. Der Anstieg des MAPON-Signals M durch den anteiligen AFP-Sweep setzt bei höheren Frequenzabständen $\Delta\nu$ ein, und dadurch liegt der „untere Knick“ des MAPON-Spektrums höher. Die gute Übereinstimmung der Messpunkte im „Bereich des Power Broadenings“ bestätigt die in Abschnitt 3.9 aufgeführten Beschreibungen des MAPON-Signals bezüglich des Power Broadenings.

Zur Beschreibung der MAPON-Spektren der kalt implantierten Proben ist die Überlagerung von mindestens zwei Quadrupol-aufspaltungsverteilungen mit $\Delta\nu_{Q_i} = 0$ kHz (durchgezogene Linie in den Diagrammen der Abbildung 4.26) nötig: eine schmale Komponente und eine mit deutlich geringerem Anteil vorhandene breite Komponente. Für die MAPON-Spektren der warm implantierten Proben ist hingegen zur Beschreibung eine gaußförmige Quadrupol-aufspaltungsverteilung hinreichend (durchgezogene Linie in den Diagrammen der Abbildung 4.26). Die Datenpunkte im Bereich des Frequenzabstandes ab ca. 50 kHz bis 200 kHz deuten allerdings auf eine zweite breitere Komponente wie bei den „Kalt-Spektren“ hin, jedoch scheinen die Datenpunkte bei $\Delta\nu = 2000$ kHz dies zu widerlegen. Auf Grund des sehr schmalen effektiven MAPON-Sweepbereichs für diesen Frequenzabstand bei den beiden „Warm-Experimenten“ mit $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ und $[111] \parallel B_{\text{ext}}$ (siehe Anhang C), können diese Datenpunkte aber verfälscht sein, so dass die Lage dieser Datenpunkte keinen Widerspruch darstellen muss. Die gepunkteten Kurven in den

„Warm-Diagrammen“ der Abbildung 4.26 zeigen die Theriefunktionen, denen je zwei Verteilungen zu Grunde liegen, wobei die Halbwertsbreite Γ_{Q_2} der zweiten Komponente jeweils auf dem Wert aus dem „Kalt-Experiment“ (#304, #305, und #306) festgehalten wurde. Die Datenpunkte bei $\Delta\nu = 2000$ kHz wurden dabei nicht mitberücksichtigt. Die Werte der entsprechenden Fitparameter sind in Tabelle 4.10 aufgelistet. Für die

Exp. #	A_1 [%]	Γ_{Q_1} [kHz]	A_2 [%]	Γ_{Q_2} [kHz]	c [%]	A_{AFP} [%]	Γ_{PB} [kHz]
288	16,5 (1,1)	49 (6)	3,0 (1,3)	252	14,5 (1,1)	22 (3)	3,2 (2)
308	16,1 (8)	76 (5)	4,6 (1,3)	402	14,3 (7)	18 (2)	5,0 (2)
316	16,9 (1,3)	104 (11)	2,1 (2,8)	480	11,9 (8)	16 (2)	6,3 (3)

Tabelle 4.10: Ergebnisse der $^{82}\text{BrFe}$ -MAPON-„Warm-Experimente“ mit *zwei* Quadrupolaufspaltungsfrequenzverteilungen, die jeweils der Theriefunktion ($\Delta\nu_{Q_i} = 0$ kHz) zu Grunde liegen. Γ_{Q_2} ist jeweils fest auf dem Wert aus den entsprechenden „Kalt-Experimenten“ (#304, #305, und #306) gesetzt. Die Datenpunkte bei $\Delta\nu = 2000$ kHz sind nicht mitberücksichtigt.

beiden Richtungen $[100]'$ und $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ stimmt die Theriefunktion, basierend auf zwei Quadrupolaufspaltungsverteilungen, besser mit den MAPON-Signalen (den Wert bei $\Delta\nu = 2000$ kHz ausgenommen) überein, als die Theriefunktion mit einer Verteilung. Bei der Kristallrichtung $[111] \parallel B_{\text{ext}}$ stimmt die Kurve mit zwei Verteilungen nur minimal besser mit den Datenpunkten überein. Die MAPON-Signale bei $\Delta\nu = 2000$ kHz weichen jedoch deutlich von der Theriefunktion mit zwei Verteilungen ab. Letztendlich bleibt die Frage offen, ob die MAPON-Signale bei $\Delta\nu = 2000$ kHz für die „Warm-Experimente“ durch die zu schmalen effektiven MAPON-Sweepbereiche tatsächlich entsprechend verfälscht wurden oder nicht.

In Abbildung 4.27 sind die Halbwertsbreiten der Quadrupolaufspaltungsverteilungen gegen die Implantationsdosis aufgetragen. Dabei sind für die „Warm-Experimente“ die Werte aus Tabelle 4.9 entnommen und entsprechen somit jeweils den Theriefunktionen mit nur einer Verteilung. In dem untersuchten Bereich der Implantationsdosis von ca. $2 \cdot 10^{12}$ bis $5 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm² kann für die Halbwertsbreiten der Quadrupolaufspaltungsverteilungen keine Abhängigkeit von der Implantationsdosis gefunden werden. Die beiden „letzten“ Punkte in Abbildung 4.27 bei einer Implantationsdosis von $4,2 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm² könnten zwar eine Abnahme der Halbwertsbreiten bei höheren Dosen andeuten, jedoch ist dies nicht signifikant und die Halbwertsbreiten sollten auch eher zunehmen als abnehmen. Auf Grund einer höheren Dosis steigt auch die Br-Konzentration und somit

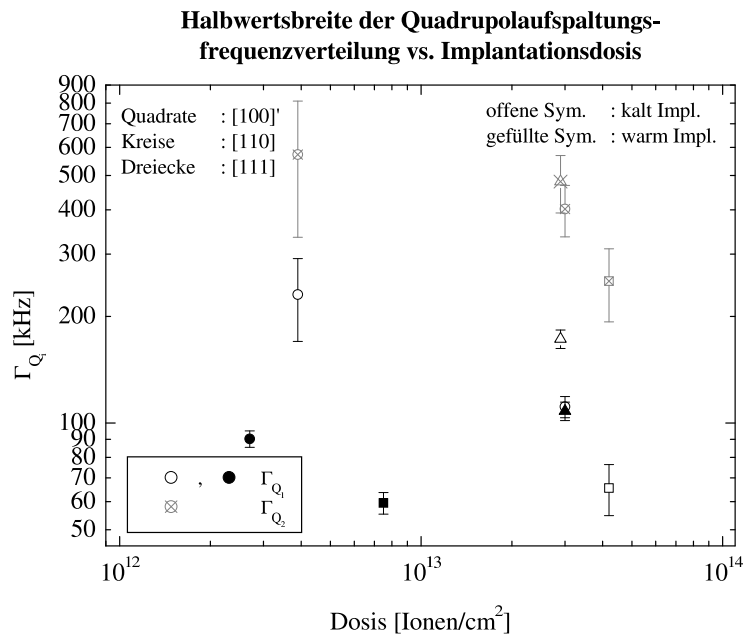


Abbildung 4.27: MAPON-Halbwertsbreiten Γ_{Q_i} versus Implantationsdosis. Die Halbwertsbreiten sind doppeltlogarithmisch gegen die Implantationsdosis aufgetragen. Eine Abhängigkeit der Halbwertsbreiten von der Implantationsdosis ist nicht zu erkennen.

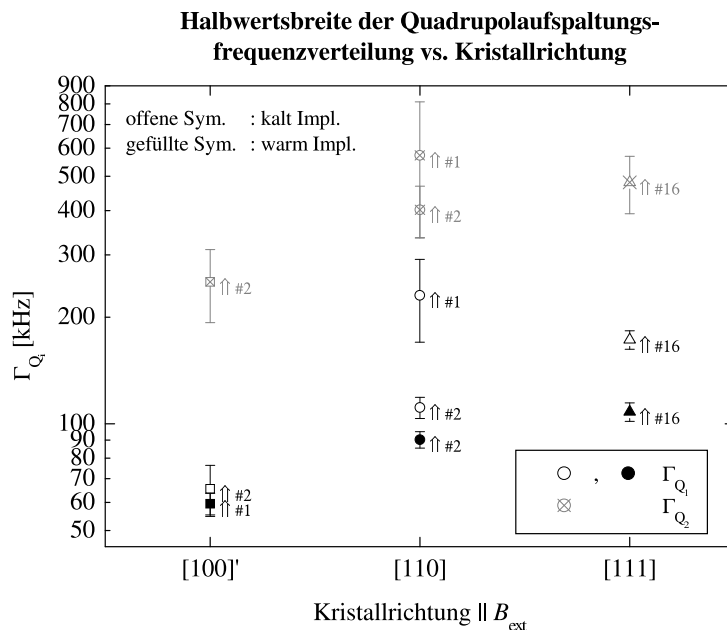


Abbildung 4.28: MAPON-Halbwertsbreiten Γ_{Q_i} versus Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Die Halbwertsbreiten bei $[100]' \parallel B_{\text{ext}}$ liegen eindeutig unter denen der anderen Kristallrichtungen, wobei die der Warm-Implantationen jeweils unter denen der Kalt-Implantationen liegen.

nehmen die Fehler in den nächsten Nachbarschalen zu. Dies sollte die Halbwertsbreiten vergrößern und nicht verkleinern.

Für die Halbwertsbreiten scheint sich aber eine Abhängigkeit von der eingebauten Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$ abzuzeichnen. Abbildung 4.28 zeigt die Halbwertsbreiten in Abhängigkeit von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$. Für alle Komponenten der Quadrupolaufspaltungsverteilung ist die Halbwertsbreite sowohl für warm als auch für kalt implantierte Proben bei $[100]'$ $\parallel B_{\text{ext}}$ kleiner als die bei $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, die wiederum kleiner ist als die bei $[111] \parallel B_{\text{ext}}$. Dies deutet auf einen Defekt in der $[111]$ Richtung hin, da auf Grund der Abhängigkeit der Quadrupolaufspaltungsfrequenz vom zweiten Legendre-Polynom $P_2(\cos \Theta)$ (siehe Gleichungen 1.46 und 1.3) ein Defekt in dieser Richtung die Richtungsabhängigkeit verursachen könnte. Eine Ausnahme stellen die Halbwertsbreiten der Quadrupolaufspaltungsverteilung aus Experiment #303 dar, die größer als alle anderen entsprechenden Halbwertsbreiten sind. Da nur diese Halbwertsbreiten aus der Systematik der anderen Messungen herausfallen, werden sie nicht weiter berücksichtigt. Eine Ursache für die erheblich größeren Halbwertsbreiten könnte neben der geringeren Statistik des Experiments #303 (siehe Abschnitt 4.1) eine geringere Qualität der Probenpräparation sein.

Mit dem spektroskopischen Quadrupolmoment $Q(^{82}\text{Br}) = 0,748(10) \text{ b}$ [SHZ⁺98] können die Halbwertsbreiten Γ_{Q_i} der Quadrupolaufspaltungsverteilung in die Halbwertsbreiten Γ_{zz_i} der elektrischen Feldgradientenverteilung umgerechnet werden. Diese sind in Tabelle 4.11 zusammengefasst.

Exp. #	Impl.-temp.	Einbau-richtung	Γ_{zz_1} [10^{20} V/m^2]	Γ_{zz_2} [10^{20} V/m^2]
288		$[100]'$	0,99 (7)	—
308	warm	$[110]$	1,50 (13)	—
316		$[111]$	1,79 (14)	—
304		$[100]'$	1,09 (19)	4,2 (1,0)
303	kalt	$[110]$	3,83 (1,18)	9,5 (4,5)
305		$[110]$	1,84 (50)	6,7 (3,0)
306		$[111]$	2,87 (26)	8,0 (2,0)

Tabelle 4.11: Halbwertsbreiten der EFG-Verteilungen von $^{82}\text{BrFe}$. Die Breiten sind mit $Q(^{82}\text{Br}) = 0,748(10) \text{ b}$ [SHZ⁺98] aus den Halbwertsbreiten der Quadrupolaufspaltungsfrequenzverteilung von Tabelle 4.9 berechnet worden.

5 Messungen am System $^{59}\text{FeFe}$

Neben den Messungen am System $^{82}\text{BrFe}$ wurde auch das „reine“ System $^{59}\text{FeFe}$ untersucht. Die Messungen dienen zum Vergleich der $^{82}\text{BrFe}$ -Ergebnisse. Die Zählratenbestimmung aus den β -Spektren, die aus dem β -Zerfall des untersuchten Sondenkerns ^{59}Fe (Zerfallsschema siehe Abbildung 5.1) gewonnen wurden, ist in Abschnitt 3.2 beschrieben¹. Zur Thermometrie wurde ein schon vorhandenes $^{54}\text{MnNi}$ -Kernthermometer verwendet. Da ^{54}Mn über Elektroneneinfang zerfällt (siehe Abbildung 5.2), sind keine störenden β^\pm -Teilchen vorhanden, die das β -Spektrum des ^{59}Fe verfälschen könnten. Neben den MAPON- und AFP-Messungen wurden auch NO- und NMR/ON-Messungen durchgeführt, wobei die Probe mit der [110]-Richtung $\parallel B_{\text{ext}}$ eingebaut wurde.

¹Die Anisotropie der γ -Linien ist für Hyperfeinwechselwirkungsuntersuchungen zu klein.

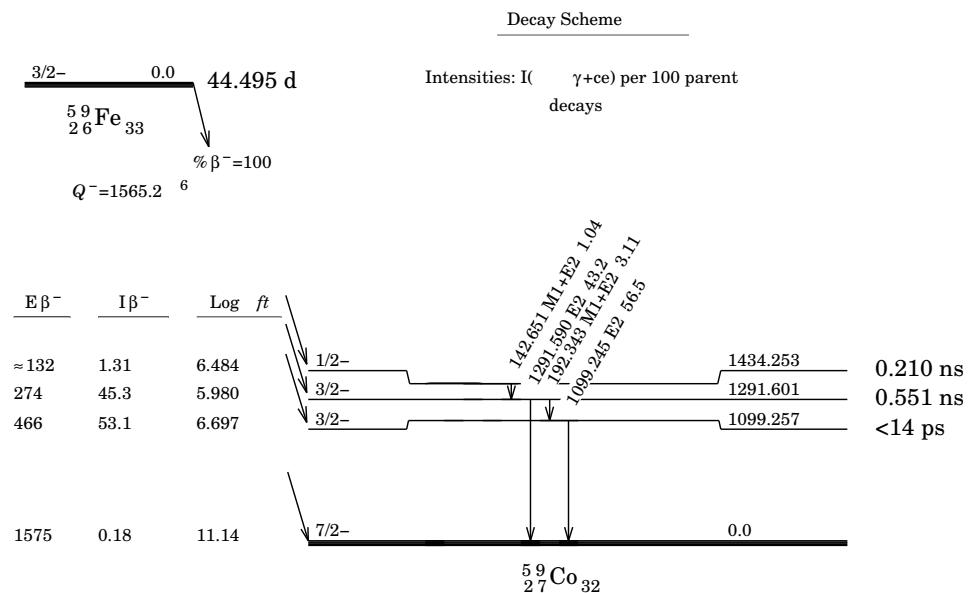


Abbildung 5.1: Das vereinfachte Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{59}Fe [NND04]. Das komplette Zerfallsschema ist in Anhang B dargestellt.

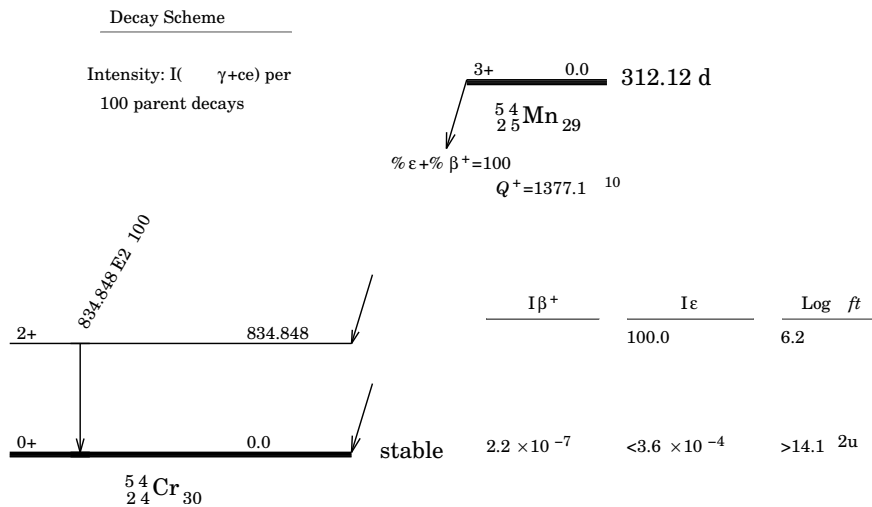


Abbildung 5.2: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{54}Mn [NND04].

5.1 Probenpräparation

Das Probenmaterial der Einkristallfolien bestand aus einer $\text{Fe}_{99,89}\% \text{Pt}_{0,1}\% \text{Au}_{0,01}\%$ -Legierung. Das Material wurde durch Schmelzen von reinem Eisen ($> 99,999\%$) und dem entsprechenden Anteil Platin und Gold in einem Elektronenstrahl-Ofen unter Hochvakuum hergestellt. Durch ein spezielles Walzverfahren und anschließendes Ausglühen der Folien wurde eine einkristalline Struktur geschaffen [SZHK03]. Die verwendete Probe bestand aus drei einzelnen, ca. $1\ \mu\text{m}$ dicken Einkristallfolien. Die ^{59}Fe -Aktivität ($T_{1/2}(^{59}\text{Fe}) \approx 44,5\ \text{d}$) wurde im Forschungszentrum Jülich durch Neutronenbestrahlung der Folien (stabiles ^{58}Fe , natürliches Vorkommen: $0,31\%$ [SEPM74]) über 25 d mit einem thermischen Neutronenfluss von $\approx 1,8 \cdot 10^{14}\ \text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ hergestellt. Anschließend wurden die Folien 1 h bei ca. $700\ ^\circ\text{C}$ getempert und über den Zeitraum von ungefähr 30 min abgekühlt. Die Kernorientierungsgruppe der TU München stellte die Folien zur Verfügung, nachdem sie ihre Messungen an den Isotopen ^{198}Au und ^{199}Au beendet hatte. Neben der ^{59}Fe -Aktivität wurden durch den Pt- und Au-Anteil noch weitere Aktivitäten produziert.

Durch die Neutronenbestrahlung von natürlichem Platin entstehen diverse Pt-Aktivitäten ($T_{1/2}(^{191}\text{Pt}) \approx 2,8\ \text{d}$, $T_{1/2}(^{193\text{m}}\text{Pt}) \approx 4,3\ \text{d}$, $T_{1/2}(^{193}\text{Pt}) \approx 50\ \text{a}$, $T_{1/2}(^{197\text{m}}\text{Pt}) \approx 95\ \text{min}$, $T_{1/2}(^{197}\text{Pt}) \approx 20\ \text{h}$, $T_{1/2}(^{199\text{m}}\text{Pt}) \approx 14\ \text{s}$ und $T_{1/2}(^{199}\text{Pt}) \approx 31\ \text{min}$ [NND04]). Des Weiteren entsteht durch die Neutronenbestrahlung von stabilem Gold der angeregte Zustand $^{198\text{m}}\text{Au}$, der mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2}(^{198\text{m}}\text{Au}) \approx 2,3\ \text{d}$ durch γ -Zerfall in den

Grundzustand zerfällt (siehe Abbildung B.4). Dieser zerfällt über β -Zerfall mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2} (^{198}\text{Au}) \approx 2,7 \text{ d}$ zu ^{198}Hg (siehe Abbildung B.5). Zwischen der Neutronenaktivierung und dem Beginn der ^{59}Fe -Messungen lagen ca. 65 Tage, das entspricht ungefähr 24 Halbwertszeiten von ^{198}Au , jedoch nur 1,5 Halbwertszeiten von ^{59}Fe . Daher war noch ausreichend ^{59}Fe -Aktivität ($\approx 550 \text{ kBq}$)², aber praktisch keine störende β -Strahlung des ^{198}Au ($\approx 4 \text{ Bq}$) mehr vorhanden. Von den Pt-Aktivitäten ist nach dieser Zeit nur noch etwas von der ^{193}Pt -Aktivität ($\approx 160 \text{ Bq}$) vorhanden, die ausschließlich über Elektroneneinfang (ohne begleitende γ -Strahlung) zerfällt. Daher kann diese Aktivität keine Störung in den β - und γ -Spektren verursachen. Die durch den β -Zerfall des ^{199}Pt (siehe Abbildung B.6) und durch (aufeinanderfolgenden) doppelten Neutroneneinfang an ^{197}Au entstandene ^{199}Au -Aktivität ($\approx 5 \text{ Bq}$, $T_{1/2} (^{199}\text{Au}) \approx 3,1 \text{ d}$) ist nach dieser Zeit ebenfalls praktisch nicht mehr vorhanden. Somit kann die β -Strahlung des ^{199}Au (siehe Abbildung B.7) ebenfalls vernachlässigt werden.

Auf Grund der sehr geringen Konzentration von Pt und Au in dem Probenmaterial kann das Probenmaterial als „reines System“ betrachtet werden. Die Folien waren je 4 mm breit und 6 mm (zwei Folien) bzw. 9 mm (eine Folie) lang. Die Folienkanten lagen parallel zu den [110]-Richtungen und die Folienoberflächen war parallel zur {100}-Ebene. Die Folien wurden zentriert direkt übereinander (quer ausgerichtet, die längere Folie in der Mitte) mit GaIn-Eutektikum auf dem Kühlfinger befestigt. Das $^{54}\text{MnNi}$ -Kernthermometer wurde zuvor mit Woodsmetall auf die Rückseite des Kühlfingers gelötet.

5.2 NO

Zur Bestimmung des A_1 -Parameters (siehe Gleichung 1.21) der β -Anisotropie wurde eine statische Kernorientierungsmessung bei einem externen Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ durchgeführt. Abbildung 5.3 zeigt die daraus gewonnenen NO-Daten. Als Theoriefunktion wurde das Zweigitterplatzmodell (Gleichung 1.25) mit $f = 1$ verwendet, wobei die aus den NMR/ON-Messungen gewonnene Frequenz (siehe Abschnitt 5.3) auf $\nu = 57,558 \text{ MHz}$ festgehalten und nur der Parameter A_1 variiert wurde. Die Anpassung der Theoriefunktion ergab

$$A_1 = +0,081 (1), \quad (5.1)$$

²Die Aktivitätsangaben sind aus den Bestrahlungsdaten und der verstrichenen Zeit berechnet worden. Die dazu benötigten (n,γ) -Wirkungsquerschnitte wurden aus [SEPM74] entnommen.

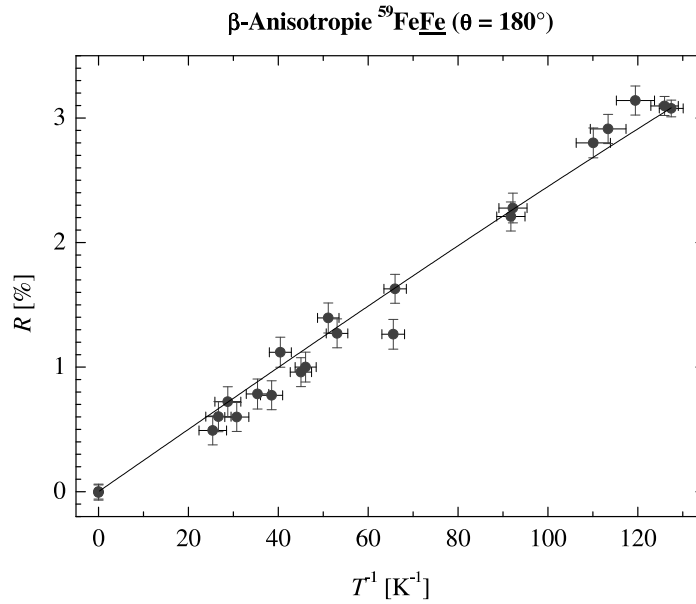


Abbildung 5.3: NO-Daten der $^{59}\text{FeFe}$ -Messungen. Gezeigt ist die β -Anisotropie R unter einem Beobachtungswinkel von $\theta = 180^\circ$ in Abhängigkeit von der reziproken Temperatur T^{-1} . Die NO-Messungen wurden bei einem externen Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ durchgeführt.

wobei das Vorzeichen von A_1 aus den bekannten F-GT-Mischungsverhältnissen $y_{274 \text{ keV}} = -0,041 \left(\begin{smallmatrix} +45 \\ -47 \end{smallmatrix} \right)$ und $y_{466 \text{ keV}} = -0,049 (14)$ [RWB75] bestimmt wurde, denn die Anpassung der Theoriefunktion liefert nur das Vorzeichen des Produkts $A_1 B_1$, hier $A_1 B_1 \leq 0$. Beide F-GT-Mischungsverhältnissen ergeben nach Gleichung 1.21 einen positiven Parameter A_1 . Der Betrag von A_1 stellt eine untere Grenze dar, da der Anteil der „guten Plätze“ fest auf $f = 1$ gesetzt wurde und ein möglicherweise kleinerer Anteil auf guten Plätzen den Betrag von A_1 vergrößern würde. Des Weiteren kann die Streuung der Elektronen in der Probe, im Kryostatenmaterial und im Detektor die Anisotropie reduzieren [BS77]. Jedoch sollte die Streuung durch das externe Magnetfeld zumindest etwas reduziert sein, denn der auf Grund der Lorentzkraft durch das externe Magnetfeld ($B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$) verursachte maximale Krümmungsradius liegt für die β -Teilchen zwischen 20 und 35 mm (Integrationsbereich von ca. 192 keV bis 466 keV, siehe Abschnitt 3.2)³. Dadurch sollte auch die Streuung der Elektronen reduziert sein, da sie die senkrecht zum externen Magnetfeld liegenden Wände des 4 K-Schildes im Kryostaten nicht treffen können. Allerdings wird dadurch der effektive Integrationsbereich über die Emissions-

³Daher machte es keinen Sinn, den unteren 90° -Detektor einzubauen (ca. 4 cm von der Quelle entfernt), denn die Elektronen hätten ihn gar nicht erreichen können.

winkel der β -Teilchen erheblich vergrößert und somit die Anisotropie reduziert. Diese „Elektronenbahn“-Öffnungswinkelkorrektur ${}^\beta Q_1$ liegt zwischen 0,5 und 1.

Die „geometrischen“ Öffnungswinkelkorrekturen Q_k bei endlicher Ausdehnung der Quelle (und natürlich des Detektors) können in guter Näherung durch das Produkt der Öffnungswinkelkorrekturen Q'_k für Quelle und Detektor beschrieben werden, wobei für die Q'_k die „jeweils andere“ Ausdehnung als punktförmig angenommen wird [HM70]. In den Teilchendetektoren (PIN-Dioden) wird im Gegensatz zu den γ -Detektoren in der Regel die gesamte Energie der β -Teilchen abgegeben. In diesem Fall betragen die Öffnungswinkelkorrekturen für eine Punktquelle und einen axialsymmetrischen Detektor (Kreisblende vor den PIN-Dioden) [Ros53]

$$Q'_k = \frac{P_{k-1}(\cos \xi) - \cos(\xi) P_k(\cos \xi)}{(k+1)(1 - \cos \xi)}, \quad (5.2)$$

wobei ξ der halbe Öffnungswinkel der Detektorfläche zur Punktquelle ist. Mit einem Blendendurchmesser von $d_{\text{Blende}} = 7,0(3)$ mm, dem Abstand $d_{\text{Q-D}} = 43(3)$ mm zwischen Quelle und Detektor [Fuc95, S. 20] und einer kreisförmigen Näherung mit dem Radius $r_{\text{Probe}} \approx 7(1)$ mm für die verwendete Probe beträgt die Öffnungswinkelkorrektur für die β -Messungen $Q_1 = 0,992(4)$. Somit können die „geometrischen“ Öffnungswinkelkorrekturen vernachlässigt werden, da die kreisförmige Näherung der Probenform die komplette Probe einschließt und die tatsächliche Korrektur daher etwas kleiner sein wird.

Eine grobe Abschätzung liefert, dass der Integrationsbereich ungefähr zu gleichen Anteilen aus den beiden Zerfallszweigen besteht. Mit den beiden bekannten F-GT-Mischungsverhältnissen (siehe auf der vorherigen Seite) und den beiden mittleren relativen β -Geschwindigkeiten $\overline{(v/c)}_{274 \text{ keV}} = 0,704$ und $\overline{(v/c)}_{466 \text{ keV}} = 0,773$ kann der mittlere Parameter $\tilde{A}_1 \approx +0,18$ berechnet werden. Daraus folgt, dass die Anisotropie auf ca. $0,081/0,18 = 45\%$ verringert ist. Die Reduktion der Anisotropie durch eine nicht vollständig ausgerichtete Magnetisierung der Probe sollte hier vernachlässigbar klein sein, da die Messungen bei $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ und somit bei einem größeren Magnetfeld als dem Anisotropiefeld $B_a = 0,6 \text{ kG}$ durchgeführt wurden. Daher sollte die Probe zumindest annähernd ausgerichtet worden sein. Ein Vergleich mit Abbildung 4.11 bestätigt diese Annahme, wobei eine Ausrichtung der Magnetisierung von ungefähr 10° im Vergleich zu 0° eine Reduktion der Anisotropie von nur ca. $1,5\%$ bedeutet und somit vernachlässigt werden kann. Die Ausrichtung der Kristallachsen in der Einkristallfolie ist nicht

völlig einheitlich, wobei die Halbwertsbreite der Winkelverteilung um die Hauptrichtung von SEEWALD *et al.* mit $7,4^\circ$ angegeben [SZHK03] wird. Diese nicht 100%ig einkristalline Struktur der Probe führt zu einer Reduktion der Anisotropie von nur ungefähr 0,2% (zusammen mit der „geometrischen“ Öffnungswinkelkorrektur ergibt dies $\approx 1\%$ Reduktion der Anisotropie) und ist daher vernachlässigbar klein. Unter der Annahme einer Rückstreuungskorrektur in der Probe von ca. 35% (die Rückstreuungskorrektur des WU-Experiments betrug 30 bis 35% [Wu65, S. 1419]), bleiben noch ungefähr 20% Verluste übrig, die durch eine „Elektronenbahn“-Öffnungswinkelkorrektur von ${}^\beta Q_1 \approx 0,8$ (entspricht einer „geometrischen“ Öffnungswinkelkorrektur mit einem halben Öffnungswinkel $\xi \approx 53^\circ$) erklärt werden können.

5.3 NMR/ON

Die NMR/ON-Messungen wurden, wie auch alle anderen Messungen am System ${}^{59}\text{FeFe}$, bei einem externen Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ durchgeführt. Die Basistemperatur lag im Bereich von ungefähr 12 bis 15 mK. Mit der eingestrahlten Hochfrequenz wurde die Resonanz in 35 kHz-Schritten mit einem Modulationshub von $\nu_{\text{Hub}} = \pm 30 \text{ kHz}$ „abgefahren“. Zur Frequenzmodulation wurde eine 300 Hz-Dreieckschwingung verwendet. Abbildung 5.4 zeigt die β -Resonanz des Systems ${}^{59}\text{FeFe}$. OHTSUBO *et al.* geben die effektive Relaxationszeit für ein externes Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,2 \text{ T}$ mit $T'_1 = 16 (3) \text{ min}$ an [OCYO96]. Für CoFe gilt $\gamma^2 C_K (B_{\text{ext}} = 0,2 \text{ T}) \approx 2 \cdot \gamma^2 C_K (B_{\text{ext}} = 0,08 \text{ T})$ [KK81, aus Fig. 2]. Unter der Annahme, dass die Relaxationszeit für FeFe ähnlich mit dem externen Feld skaliert, kann die effektive Relaxationszeit für ein externes Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ mit $T'_1 \approx 8,35 \text{ min}$ abgeschätzt werden. Jeder Frequenzpunkt wurde $\tau = 1500 \text{ s}$ lang gemessen ($\Rightarrow \tau/T'_1 \approx 3$). Die Anpassung der Theoriefunktion (mit einer Gaußkurve) liefert die Mittenfrequenz $\nu_1 = 57,558 (7) \text{ MHz}$ mit einer Halbwertsbreite $\Gamma_1 = 0,06 (2) \text{ MHz}$ und einer gesamten relativen Zerstörung der Anisotropie $A_1 = 46 (9) \%$. Die Frequenzverschiebung beträgt $d\nu_1/dB_{\text{ext}} = -1,65 (7) \text{ MHz/T}$ [OCYO96], somit gilt

$$\nu_1 (B_{\text{ext}} = 0 \text{ kG}) = 57,689 (9) \text{ MHz.}$$

Dabei ist das Demagnetisierungsfeld $B_{\text{dem}} = 0,006 (2) \text{ kG}$ — dies entspricht einer Frequenzverschiebung von $\delta\nu_{\text{dem}} = 1,0 (3) \text{ kHz}$ — mit berücksichtigt. Der Wert der Mit-

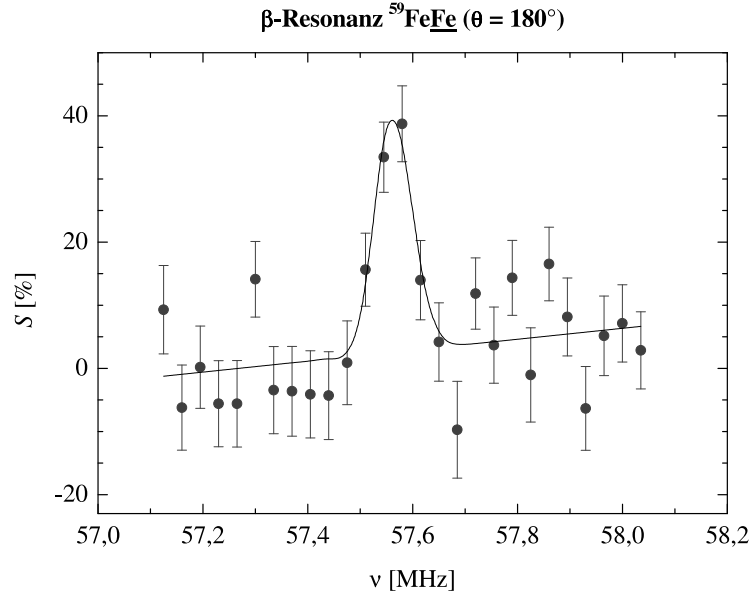


Abbildung 5.4: NMR/ON- β -Resonanz des Systems $^{59}\text{FeFe}$. Die NMR/ON-Messungen wurden bei einem externen Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ und einer Basistemperatur im Bereich von ca. 12 bis 15 mK durchgeführt.

tenfrequenz liegt knapp unterhalb des Wertes von 57,719 (11) MHz aus [OCYO96], während die sehr scharfe Resonanz (relative Breite $\approx 0,1\%$) von vergleichbarer Breite ist. Mit dem von OHTSUBO *et al.* neu berechneten magnetischen Hyperfeinfeld von $B_{\text{hf}}(\text{FeFe}) = -33,82(3) \text{ T}$ [OCYO96] (mit Hilfe von Mößbauer-Spektroskopie haben VIOLET und PIPKORN $B_{\text{hf}}(^{57}\text{FeFe}) = -33,82(3) \text{ T}$ gemessen [VP71]; OHTSUBO *et al.* verwendeten das magnetischen Moment $\mu(^{57}\text{Fe}, \frac{1}{2}^-) = +0,09044(7) \mu_{\text{K}}$ [Rag89]) beträgt das hier bestimmte magnetische Moment von ^{59}Fe

$$\mu(^{59}\text{Fe}, \frac{3}{2}^-) = -0,3357(3) \mu_{\text{K}}.$$

Das Vorzeichen wurde aus den Vorzeichen der Anisotropie, des A_1 -Parameters und des Hyperfeinfeldes B_{hf} bestimmt. Die NO-Messung ergab $A_1 B_1 \leq 0$, wobei durch die bekannten F-GT-Mischungsverhältnisse $A_1 > 0$ bestimmt wurde (siehe Abschnitt 5.2). Daraus folgt für den Orientierungsparameter $B_1 \leq 0$. B_1 hat stets das entgegengesetzte Vorzeichen wie das magnetische Moment μ des Kerns bei Verwendung einer Quantisierungsachse, die durch das am Kernort vorherrschende Magnetfeld bestimmt ist. Bei einem negativen Hyperfeinfeld ist die durch dieses Magnetfeld bestimmte Quan-

tisierungsachse bezüglich des externen Magnetfeldes um 180° gedreht. Daher kann mit $\text{sign}(B_1) = -\text{sign}(\mu) \cdot \text{sign}(B_{\text{hf}})$ (wenn das externe Magnetfeld als Bezugsachse verwendet wird) das Vorzeichen von μ mit $\text{sign}(\mu) = -1$ bestimmt werden. Somit kann der Wert $\mu(^{59}\text{Fe}, \frac{3}{2}^-) = -0,3358(4) \mu_{\text{K}}$ von OHTSUBO *et al.* bestätigt werden [OCYO96], der leicht vom vorherigen, von KRANE *et al.* mit Hilfe von γ -NO ermittelten Ergebnis $|\mu(^{59}\text{Fe}, \frac{3}{2}^-)| = 0,29(3) \mu_{\text{K}}$ [KRS76] abweicht, aber um zwei Größenordnungen genauer ist.

5.4 AFP

Die AFP-Messungen wurden sowohl für Sweep UP als auch für Sweep DOWN bei einer Basistemperatur von ca. 7 mK durchgeführt. Dabei wurde die Hochfrequenz in $t_{\text{Sweep}} = 5,5$ s über den Bereich von 57,1 bis 58,1 MHz gefahren, wodurch sich die Probe kurzzeitig um 1,9(6) mK (Sweep UP) bzw. 1,4(6) mK (Sweep DOWN) erwärmte. Abbildung 5.5 zeigt das AFP-Spektrum mit der angepassten Theoriefunktion. Diese Anpassung, bei der der Temperaturanstieg durch den Sweep mit berücksichtigt wurde, lieferte als Werte für die Korringakonstante $C_{\text{K}} = 3,1(1)$ sK, den Adiabatischen Parameter $A = 0,53(5)$ und den Anteil der „NMR-Kerne“ mit positiver Quadrupolaufspaltung $A_{\Delta\nu_{\text{Q}}>0} = 70(10)\%$.

Die relative Zerstörung der Anisotropie direkt nach dem Sweep beträgt demnach für Sweep UP 108 % und für Sweep DOWN 103 %. Dies steht im Widerspruch zu den Messungen aus [HCO⁺02], deren Effekt für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ bei Sweep DOWN ungefähr doppelt so groß wie der für Sweep UP ist, was eigentlich nicht möglich ist. In Abbildung 5.5 ist zusätzlich der Bereich eingezeichnet, in dem die Theoriefunktion für einen beliebigen Anteil mit positiver Quadrupolaufspaltung ($0 \leq A_{\Delta\nu_{\text{Q}}>0} \leq 1$) verlaufen kann. Daran ist zu erkennen, wie gering die Unterschiede für Sweep UP und Sweep DOWN selbst für ein einheitliches Vorzeichen der Quadrupolaufspaltung sind.

Das MAPON-Spektrum (siehe Abschnitt 5.5) entspricht einer Quadrupolaufspaltungsverteilung mit einem einheitlichen Vorzeichen. Zusammen mit den AFP-Daten kann auf eine rein positive Quadrupolaufspaltungsverteilung geschlossen werden. Die Abweichung der AFP-Daten von $A_{\Delta\nu_{\text{Q}}>0} = 100\%$ könnte durch Schwankungen in den β -Spektren verursacht worden sein, die durch Instabilitäten diverser elektronischer Bauteile des Detektorsystems z. B. auf Grund von Temperaturschwankungen im Labor entstehen können.

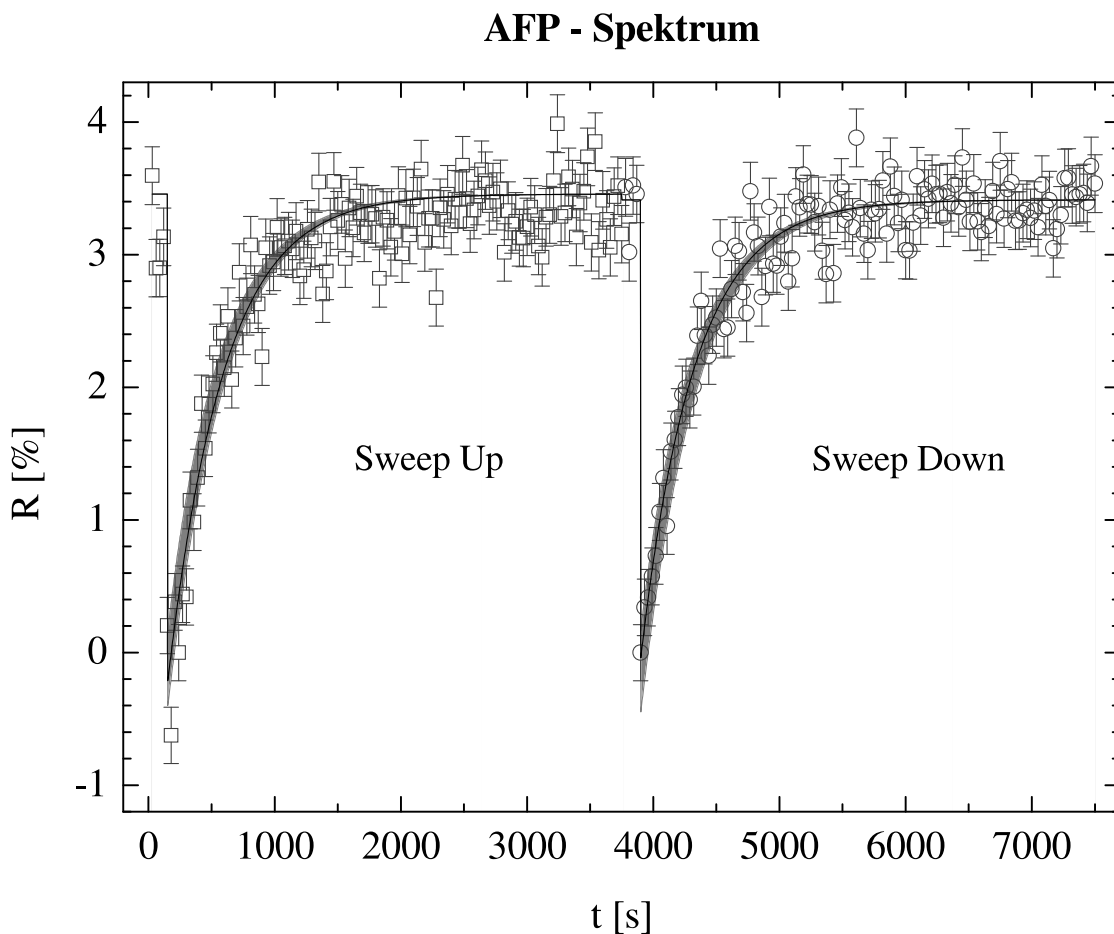


Abbildung 5.5: AFP- β -Spektrum des Systems $^{59}\text{FeFe}$. Der schmale graue Bereich um die Theoriefunktion (schwarze Linie) entspricht dem möglichen Verlauf für den vollen Bereich $0 \leq A_{\Delta\nu_Q > 0} \leq 1$ mit ansonsten gleichen Parametern. Die AFP-Messungen wurden bei einem externen Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ und einer Basistemperatur von $T \approx 7 \text{ mK}$ durchgeführt.

5.5 MAPON

Das MAPON-Spektrum wurde nur mit Sweep DOWN ermittelt und nicht über beide Sweeprichtungen gemittelt, da die absolut kleine Aktivität der Probe lange Messzeiten erforderte. Die MAPON-Sweeps wurden mit den gleichen Sweep-Einstellungen wie die AFP-Sweeps durchgeführt. Durch die ausreichende Sweepbreite wurden bei allen Frequenzabständen $\Delta\nu$ jeweils beide Hauptfrequenzen über die gesamte β -Resonanz gefahren. Abbildung 5.6 zeigt das MAPON-Spektrum mit der angepassten Theoriefunktion.

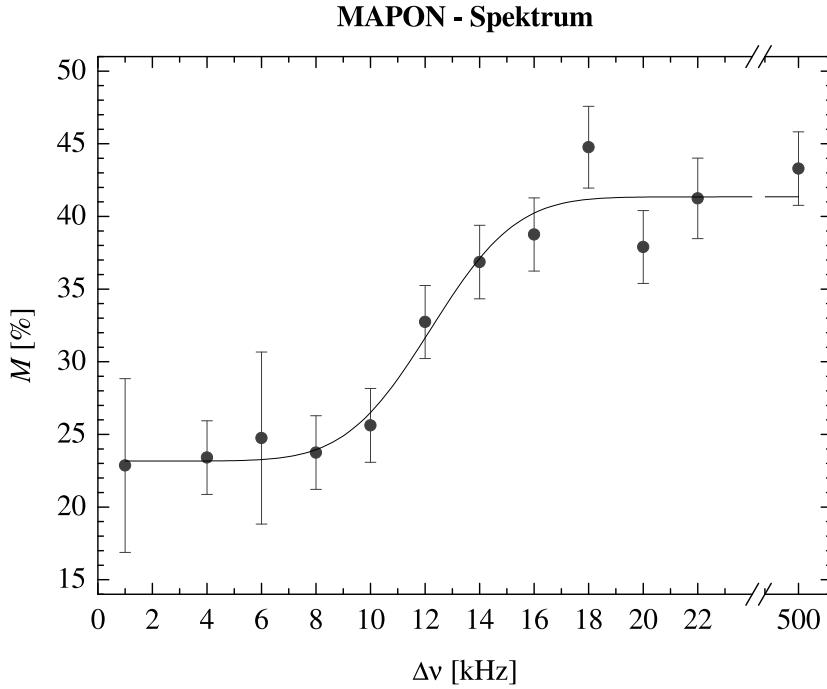


Abbildung 5.6: MAPON-Spektrum des Systems $^{59}\text{FeFe}$. Das Spektrum setzt sich eindeutig aus nur einer Gaußverteilung mit einheitlichem Vorzeichen zusammen. Die MAPON-Messungen wurden bei einem externen Magnetfeld von $B_{\text{ext}} = 0,8 \text{ kG}$ und einer Basistemperatur im Bereich von 7 bis 15 mK durchgeführt.

Wie in dem MAPON-Spektrum eindeutig zu sehen ist, setzt sich die Quadrupolaufspaltungsverteilung aus nur einer Gaußverteilung zusammen und besitzt ein einheitliches Vorzeichen, welches durch die AFP-Daten als positiv bestimmt wurde. Die Mittenfrequenz der Verteilung beträgt

$$\Delta\nu_{Q_1} = +12,2 (8) \text{ kHz}$$

und die Halbwertsbreite ist

$$\Gamma_{Q_1} = 5,8 (2,4) \text{ kHz.}$$

Die Breite der Verteilung ist somit erheblich schmaler, als die in [HCO⁺02] gemessenen Breiten der beiden anderen prinzipiellen Richtungen [100] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ und die Mittenfrequenz beträgt nur ungefähr ein Drittel von denen der beiden Richtungen [100] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ [HCO⁺02]. Da Eisen hier in der α -Phase vorliegt (siehe Kapitel 4), also eine kubisch-raumzentrierte Gitterstruktur aufweist und die Einkristallfolien nach

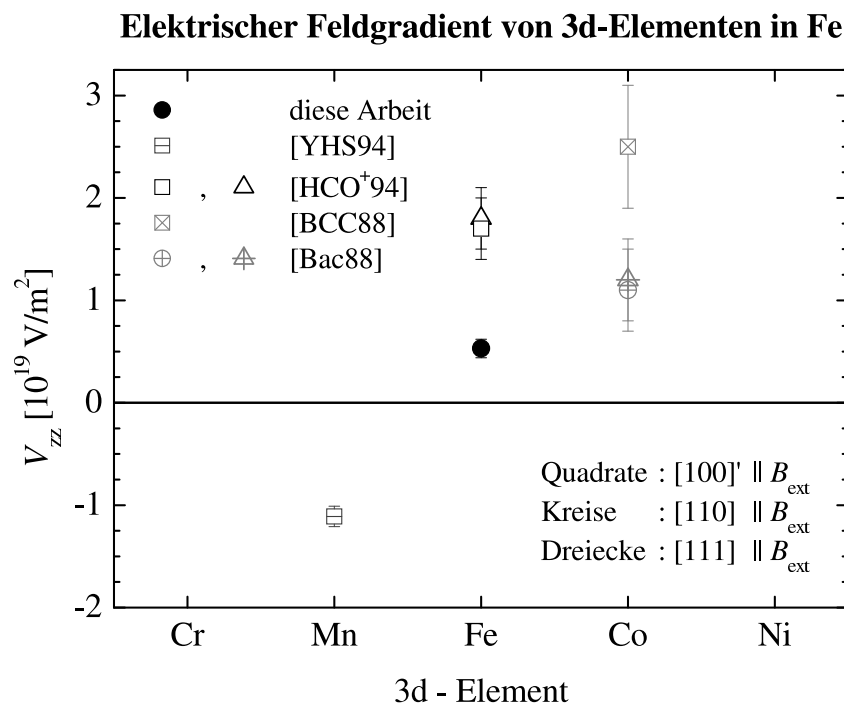


Abbildung 5.7: EFG von den 3d-Elementen Mn [YHS94], Fe [HCO+02] und Co [BCC88, Bac88] in Fe. Der Wert für FeFe mit [110] || B_{ext} stammt aus dieser Arbeit.

der Neutronenbestrahlung getempert wurden, kann der vorhandene elektrische Feldgradient (EFG) nicht auf Gitterdefekte oder die Kristallstruktur zurückgeführt werden. Vielmehr kommen andere Effekte wie ein nicht komplett unterdrückter Bahndrehimpuls der 3d-Elektronen (kollinearer Effekt) oder die Magnetostriktion als Ursache für den vorhandenen EFG in Frage.

Da kein experimenteller Wert des Quadrupolmoments Q (^{59}Fe) bekannt ist, wird der in [HCO+02] mit dem Teilchen-Rotor-Modell abgeschätzte Wert von Q (^{59}Fe) = 0,19 (3) b verwendet, um die Parameter der EFG-Verteilung zu berechnen. Der Mittenwert der EFG-Verteilung beträgt

$$V_{zz} = 5,3 (9) \cdot 10^{18} \frac{\text{V}}{\text{m}^2}$$

mit einer Halbwertsbreite

$$\Gamma_{zz} = 2,5 (1,1) \cdot 10^{18} \frac{\text{V}}{\text{m}^2}.$$

GEHRING hat den EFG in Fe, verursacht durch Magnetostriktion mit ca. $1,3 \cdot 10^{17} \text{ Vm}^{-2}$ abgeschätzt [Geh75], der noch durch $(1 + \gamma_{\infty})$ verstärkt wird, wobei γ_{∞} der Sternheim-

faktor des Sondenkerns ist. Mit $\gamma_\infty(\text{Fe}) \approx -5$ [FJ69] kann also der in Fe durch Magnetostriktion verursachte EFG vom Betrag her mit $5 \cdot 10^{17} \text{Vm}^{-2}$ abgeschätzt werden. Den durch einen nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls verursachten EFG schätzt GEHRING in [Geh75] mit $8 \cdot 10^{18} \text{Vm}^{-2}$. Der hier gemessene EFG ist also wohl hauptsächlich auf einen nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls zurückzuführen.

Zum Vergleich sind in Abbildung 5.7 die EFG für die 3d-Elemente Mn, Fe und Co in Fe dargestellt. Als Sondenkerne wurden bei den entsprechenden Messungen ^{54}Mn , ^{59}Fe und ^{60}Co verwendet. Wie bei den entsprechenden 5d-Elementen Re, Os und Ir [See99a, S. 208] tritt auch hier ein Vorzeichenwechsel auf, allerdings bei dem Element mit der niedrigeren Ordnungszahl Z (Mn) und nicht, wie bei den 5d-Elementen bei dem mit der höheren Ordnungszahl Z (Ir). Die Feldgradienten der Systeme mit jeweils dem gleichen Vorzeichen sind von der gleichen Größenordnung, entsprechend den Verhältnissen bei den 5d-Elementen. Bei den 5d-Elementen sind jedoch die EFG für [110] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ (bis auf PtFe) von vergleichbarer Größe und der EFG für [100] $\parallel B_{\text{ext}}$ vom Betrag her größer als für die beiden anderen prinzipiellen Richtungen [See99a, S. 208 und 211]. Diese Systematik ist hier nicht zu erkennen. Jedoch sollten die beiden Werte für [100] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ von FeFe von HUTCHISON *et al.* überprüft werden, da schon bei den AFP- β -Spektren, wie in Abschnitt 5.4 erwähnt, Unstimmigkeiten auftreten.

6 Diskussion: Der elektrische Feldgradient in $^{82}\text{BrFe}$

Die MAPON-Spektren sowie die NMR/ON-Resonanzkurven des Systems $^{82}\text{BrFe}$ sind für die beiden verschiedenen Implantationstemperaturen klar durch die Halbwertsbreite der Verteilungen gekennzeichnet und unterscheiden sich deutlich voneinander. Zunächst stellt sich die Frage, welche Ursache die breiten elektrischen Feldgradientenverteilungen haben.

6.1 Spin-Bahn-Effekt

Die Halbwertsbreiten der EFG-Verteilung im System $^{82}\text{BrFe}$ (siehe Abschnitt 4.7) sind deutlich größer als der im System FeFe bestimmte EFG $V_{zz} = 5,3(9) \cdot 10^{18} \text{Vm}^{-2}$ (siehe Abschnitt 5.5), welcher wohl hauptsächlich durch einen nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls der 3d-Elektronen des Fe-Sondenkerne verursacht wird. Bei vergleichbarer Größe des EFG durch einen nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls der 3p-Elektronen des Br-Sondenkerne, wäre die Quadrupolaufspaltungsfrequenz von $^{82}\text{BrFe}$ $\Delta\nu_Q = 3,2(5) \text{ kHz}$ groß ($Q(^{82}\text{Br}) = 0,748(10) \text{ b}$). Der isotrope Anteil des EFG bei $^{82}\text{BrCo}(\text{hcp})$, der durch den Spin-Bahn-Effekt verursacht ist, beträgt $V_{zz} = -4(2) \cdot 10^{18} \text{Vm}^{-2}$ [SHZ+99] und ist somit vom Betrag her von gleicher Größe wie der durch den Spin-Bahn-Effekt verursachte EFG in FeFe . Da Co und Fe benachbarte 3d-Metalle sind, sollte sich der durch den nicht komplett unterdrückten Bahndrehimpuls der 3p-Elektronen des Br-Sondenkerne verursachte EFG in den beiden Wirtsmatrizen nicht sonderlich unterscheiden. Die Ähnlichkeit von Co und Fe wird auch durch die grob vergleichbare Größe der EFG von CoFe und FeFe (siehe Abbildung 5.7) bestätigt. Der durch den Spin-Bahn-Effekt verursachte EFG von $^{82}\text{BrFe}$ ist somit wohl vernachlässigbar klein und trägt nicht merklich zu den erheblich breiteren Verteilungen des EFG in

$^{82}\text{BrFe}$ bei. Jedoch könnte er die breite EFG-Verteilung etwas verschieben und so die Ursache für die knapp über 50 % liegenden Anteile mit positiver Quadrupolaufspaltung sein.

6.2 Magnetostriktion

Der durch Magnetostriktion verursachte EFG in Fe sollte sich für verschiedene Sondenkerne nur durch die Sternheimerfaktor-Korrektur $(1 + \gamma_\infty)$ unterscheiden [Geh75]. Je nach Ladungszustand des Br-Atoms in der Wirtsmatrix Fe, welcher unbekannt ist, schwankt der Sternheimerfaktor für Br erheblich ($\gamma_\infty(\text{Br}^{+5}) \approx -6$, $\gamma_\infty(\text{Br}^{+3}) \approx 835$ bzw. $\gamma_\infty(\text{Br}^{-1}) \approx -210$ [FJ69]). Die daraus entsprechend abgeschätzten Beträge des EFG lauten somit $7 \cdot 10^{17} \text{ Vm}^{-2}$, $1 \cdot 10^{20} \text{ Vm}^{-2}$ bzw. $3 \cdot 10^{19} \text{ Vm}^{-2}$ und die daraus ermittelten Quadrupolaufspaltungsfrequenzen $\Delta\nu_Q(\text{Br}^{+5}) = 0,4 \text{ kHz}$, $\Delta\nu_Q(\text{Br}^{+3}) = 60 \text{ kHz}$ bzw. $\Delta\nu_Q(\text{Br}^{-1}) = 18 \text{ kHz}$. Im Gegensatz zu den anderen Ladungszuständen (die Quadrupolaufspaltungsfrequenzen sind zu klein) ist im Fall des Ladungszustandes +3 des Br-Atoms die Quadrupolaufspaltungsfrequenz von vergleichbarer Größe wie die Halbwertsbreiten der schmalen Komponente der EFG-Verteilungen im System $^{82}\text{BrFe}$. Jedoch sollte dann der durch Magnetostriktion verursachte EFG eine einheitliche Verteilung um $\Delta\nu_Q(\text{Br}^{+3}) = 60 \text{ kHz}$ liefern, und keine sehr breite Verteilung um $\Delta\nu_Q = 0 \text{ kHz}$ herum, wie sie die MAPON-Messungen am System $^{82}\text{BrFe}$ zeigen. Des Weiteren sollte diese einheitliche Verteilung eine große Anisotropie mit Vorzeichenwechsel von $[100] \parallel B_{\text{ext}}$ nach $[111] \parallel B_{\text{ext}}$ aufweisen [Geh75], was bei den Messungen am System $^{82}\text{BrFe}$ nicht eindeutig zu erkennen ist. Die Breiten der einzelnen Komponenten der EFG-Verteilung im System $^{82}\text{BrFe}$ lassen sich durch den Effekt der Magnetostriktion nicht erklären, jedoch kann ein Anteil an der Verteilung nicht ausgeschlossen werden. So wäre die Anisotropie des Effekts durch Magnetostriktion eine mögliche Erklärung für den geringeren Anteil mit positiver Quadrupolaufspaltung bei $[111] \parallel B_{\text{ext}}$ (mehrerheitlich tritt das negative Vorzeichen auf) im Vergleich zum Anteil mit positiver Quadrupolaufspaltung bei $[100]$ und $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ (siehe Abbildung 4.25).

6.3 Gitterdefekte

Da die beiden oben genannten Effekte die Form und Größe der EFG-Verteilungen im System $^{82}\text{BrFe}$ nicht erklären können, bleiben als wesentliche Ursache nur noch Gitterdefekte übrig, da die Kristallstruktur selber kubisch-raumzentriert ist. Verantwortlich für die Gitterdefekte ist hauptsächlich der Implantationsprozess der Br-Ionen. Die Dynamik des Implantationsprozesses selber ist gut verstanden und wird in [Her90] zusammengefasst dargestellt:

Aus Simulationsrechnungen mit Zweikörper-Stoß-Modellen ist bekannt, dass jeder implantierte Kern eine Reihe von Stoßkaskaden auslöst [Ave86, AS87], die bei ausreichender Implantationsenergie in unabhängige Subkaskaden verzweigen können. In jeder dieser Subkaskaden ist der Energieübertrag auf einige Kerne genügend groß, so dass sie von ihrem Gitterplatz gestoßen werden und ihrerseits wieder Stöße ausführen können. Molekulardynamik-Computersimulationen von AVERBACK *et al.* [ARB88] haben gezeigt, dass die Stoßphase nach ca. 0,3 ps endet und einen so genannten „Thermal Spike“ auslöst, in dem die Wirtsmatrix eine lokale Schmelze ausbildet und die Umordnung der Kerne unabhängig von der eigentlichen Gittertemperatur ist. Erst wenn der Thermal Spike nach ungefähr 10 ps zurückrelaxiert ist, sind weitere Umordnungen der Kerne und der Leerstellen von der Gittertemperatur abhängig [JCRN85].

Bei einer kalt implantierten Probe ($T \leq 25$ mK) werden also die direkt nach dem Thermal Spike vorhandenen Gitterdefekte wie z. B. Zwischengitteratome, Leerstellen, Leerstellencluster oder Frenkel-Defekte¹ „eingefroren“, wohingegen bei den warm implantierten Proben die Defekte bei Raumtemperatur zum großen Teil ausheilen können. Die Ausheilstufe III für Fe liegt bei 200 K und ist somit deutlich überschritten. Daher können die Frenkelpaare (Ausheilstufen² $I_A - I_D$: 60 bis 120 K) ausheilen und die Zwischengitteratome (Ausheilstufe I_E : 140 K) bzw. Leerstellen (Ausheilstufe III: 200 K) sind frei beweglich und können Komplexe bilden [TAKM87]. Um die durch Defekte verursachten EFG abschätzen zu können, wird die in [Däm89, S. 59 f.] vorgeschlagene Methode

¹Frenkel-Defekte sind Defekte, bei denen ein Gitteratom auf einen Zwischengitterplatz wandert und eine Leerstelle hinterläßt [Kop93, S. 48].

²Die Ausheilstufen entsprechen denen des so genannten Ein-Zwischengitterplatz-Modells [Sch78].

verwendet, den EFG über den Abstand einer Leerstelle zum Sondenkern zu bestimmen. Die verschiedenen Defekte können als geladene Störung angesehen werden und können eine räumlich oszillierende Abschirmladung hervorrufen [KF88, S. 125 ff., 364 ff.], die wiederum einen EFG V_{zz} verursachen kann, der mit dem Abstand r skaliert: $V_{zz} \sim r^{-3}$ [KV60]. Der EFG $V_{zz}({}^{131}\text{IFe}) = 1,14(6) \cdot 10^{22} \text{ Vm}^{-2}$ wird von VISSER durch eine direkt benachbarte substitutionelle Leerstelle in der [111]-Richtung erklärt, wobei die Dehnung des Fe-Gitters durch das größere I-Atom berücksichtigt ist [Vis81, S. 101 ff.]. Mit diesem EFG kann unter Annahme der r^{-3} -Abhängigkeit der EFG für BrFe für verschiedene Abstände abgeschätzt werden, wobei die Sternheimerfaktor-Korrektur $V_{zz} \sim (1 + \gamma_\infty)$ zu berücksichtigen ist. Diese ist für Br je nach Ladungszustand um einen Faktor 2 bis 3 kleiner als die für I [FJ69], wobei angenommen wird, dass I und Br den gleichen Ladungszustand in Fe einnehmen, da beides Halogene sind. Die daraus resultierenden EFG betragen $V_{zz}(\text{Faktor } 2) = 5,7 \cdot 10^{21} \text{ Vm}^{-2}$ und $V_{zz}(\text{Faktor } 3) = 3,8 \cdot 10^{21} \text{ Vm}^{-2}$. Die entsprechenden Bereiche für den Betrag der Quadrupolaufspaltungsfrequenzen $|\Delta\nu_Q|$ für die ersten 20 Nachbarschalen sind in Tabelle 6.1 aufgeführt, die der aus [Däm89, Tab. 4.4, S. 60] entspricht (erweitert um die Schalen 16 bis 20), wobei die Grenzen von $|\Delta\nu_Q|$ für ein Verhältnis der beiden Sternheimerfaktor-Korrekturen von 2 bis 3 neu berechnet worden sind.

Mit Hilfe der Werte aus Tabelle 6.1 wurden für die drei warm bzw. kalt implantierten Proben MAPON-Spektren simuliert, wobei die jeweilige obere Grenze für $|\Delta\nu_Q|$ („Faktor 2“) verwendet wurde und ein negativer Feldgradient angenommen wurde. Da die Fe-Einkristalle eine kubisch-raumzentrierte Gitterstruktur aufweisen, wurde dabei davon ausgegangen, dass jeder Gitterplatz gleichhäufig mit einer Leerstelle besetzt ist, denn jeder dieser Gitterplätze ist gleichwertig, wodurch die Leerstellen statistisch gleichverteilt sein sollten (die Reichweite der Stoßkaskaden liegt mit einer Größenordnung von $\approx 200 \text{ \AA}$ [Ave86] deutlich über den hier betrachteten Abständen vom Br). Die ersten Schalen (1 bis 3) wurden nicht mit berücksichtigt, da solch nahe Defekte die magnetische Resonanzfrequenz so stark verändern, dass sie aus dem untersuchten Frequenzintervall herausfallen³. Des Weiteren wurde die maximale Amplitude der simulierten MAPON-Spektren an die jeweilige maximal gemessene Amplitude angepasst. Da bei den kalt

³Die Schale, ab der die Leerstellendefekte berücksichtigt wurden, wurde durch die best mögliche Übereinstimmung (kleinstes reduziertes χ^2) des simulierten MAPON-Spektrums mit den [100]¹-kalt-Daten ermittelt. Der Einfachheit halber wurde die leichte Abweichung der [100]¹ Richtung von der [100] Richtung vernachlässigt.

# Schale	Koordinationszahl	Abstand $[a_0/2]$	Bereich von $ \Delta\nu_Q $ [kHz]	Beispiel für die Koordinaten eines Nachbarpunktes $[a_0/2]$
1	8	$\sqrt{3}$	3400– 2300	(1,1,1)
2	6	2	2200– 1500	(2,0,0)
3	12	$\sqrt{8}$	780– 530	(2,2,0)
4	24	$\sqrt{11}$	480– 330	(3,1,1)
5	8	$\sqrt{12}$	430– 290	(2,2,2)
6	6	4	280– 190	(4,0,0)
7	24	$\sqrt{19}$	210– 140	(3,3,1)
8	24	$\sqrt{20}$	200– 130	(4,2,0)
9	24	$\sqrt{24}$	150– 100	(4,2,2)
10	32	$\sqrt{27}$	130– 85	(5,1,1), (3,3,3)
11	12	$\sqrt{32}$	98– 66	(4,4,0)
12	48	$\sqrt{35}$	85– 58	(5,3,1)
13	30	6	82– 55	(6,0,0), (4,4,2)
14	24	$\sqrt{40}$	70– 47	(6,2,0)
15	24	$\sqrt{43}$	63– 42	(5,3,3)
16	24	$\sqrt{44}$	61– 41	(6,2,2)
17	8	$\sqrt{48}$	53– 36	(4,4,4)
18	48	$\sqrt{51}$	49– 33	(7,1,1), (5,5,1)
19	24	$\sqrt{52}$	47– 32	(6,4,0)
20	48	$\sqrt{56}$	42– 29	(6,4,2)

Tabelle 6.1: Abgeschätzte Wertebereich der Quadrupolaufspaltung $|\Delta\nu_Q|$ für $^{82}\text{BrFe}$ bei verschiedenen Abständen einer Leerstelle zum Sondenkern. Diese Tabelle entspricht der aus [Däm89, Tab. 4.4, S. 60] (erweitert um die Schalen 16 bis 20), wobei die Grenzen von $|\Delta\nu_Q|$ für ein Verhältnis der beiden Sternheimerfaktor-Korrekturen von 2 bis 3 neu berechnet worden sind. a_0 ist die Gitterkonstante.

implantierten Proben die Defekte „eingefroren“ werden, wurden für die Simulation die Schalen 4 bis 20 verwendet. Dabei musste für jede der drei prinzipiellen Kristallrichtungen die Quadrupolaufspaltungsfrequenz $\Delta\nu_Q$ für jeden Gitterplatz innerhalb dieser Schalen mit dem zweiten Legendre-Polynom $P_2(\cos\Theta) = (3 \cdot \cos^2\Theta - 1)/2$ gewichtet werden (siehe Gleichungen 1.46 und 1.3). Aus den daraus resultierenden Verteilungen wurde jeweils ein MAPON-Spektrum ermittelt, wobei über positive und negative Anteile der Quadrupolaufspaltungsfrequenz summiert wurde. Da bei warm implantierten Proben die Leerstellen beweglich sind und das Br-Atom für die Leerstellen ein attraktives Potential darstellt (Br ist ein größeres Fremdatom), können die Leerstellen der nächsten

Nachbarschalen vom Br-Atom eingefangen werden. Diese fallen dann aus dem untersuchten Frequenzintervall und entsprechend aus dem MAPON-Spektrum heraus. Ab welcher Schale Leerstellen im Rahmen dieser Simulation merklich zum MAPON-Spektrum nach Warm-Implantation beitragen, wurde ebenfalls über eine χ^2 -Minimierung für die [100]' Richtung ermittelt. Diese ergab die beste Übereinstimmung bei Verwendung der Schalen 13 bis 20. Für die anderen Richtungen [110] $\parallel B_{\text{ext}}$ und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$ wurde dann nur der Offset und der maximale Effekt angepasst. Die so simulierten MAPON-Spektren sind zusammen mit den Messwerten in Abbildung 6.1 dargestellt. Für [100]' $\parallel B_{\text{ext}}$ stimmen die simulierten Spektren sowohl für warm als auch kalt implantierte Proben mit den Messwerten sehr gut überein. Die Abhängigkeit der „MAPON-Breiten“ von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$ kann die Simulation mit Leerstellen auf substitutionellen Gitterplätzen allerdings nicht erklären, wie die entsprechenden Diagramme in Abbildung 6.1 zeigen. Die aus der obigen Simulation folgenden Anteile mit positiver Quadrupolaufspaltungsfrequenz sind in Tabelle 6.2 aufgeführt. Dabei ist zu erkennen, dass die Größenordnung

Exp. #	Impl.-temp.	Einbau-richtung	$A_{\Delta\nu_Q>0}$ [kHz]	
			Messung	Simulation
288	warm	[100]'	55,9 (2,0)	57,4
308		[110]	60,6 (1)	53,0
316		[111]	42,7 (2,0)	57,4
304	kalt	[100]'	51,53 (3)	56,5
305		[110]	55,55 (4)	56,0
306		[110]	50,3 (3)	58,3

Tabelle 6.2: Anteile mit positiver Quadrupolaufspaltungsfrequenz der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente aus den AFP-Messungen (siehe Tabelle 4.7) und den simulierten Quadrupolwechselwirkungsverteilungen (siehe Text).

durch die Simulation recht gut wiedergegeben wird, jedoch signifikant Abweichungen vorhanden sind.

Die tatsächliche Defektsituation im System $^{82}\text{BrFe}$ nach Warm- wie auch Kalt-Implantation wird in allen Fällen deutlich komplizierter sein, als das hier verwendete, sehr vereinfachte Bild von „Einzel-Leerstellen“ auf substitutionellen Gitterplätzen. So wurde z. B. jede Leerstelle getrennt von den anderen Leerstellen betrachtet, das heißt die EFG wurden immer aus einer einzelnen Leerstelle und nicht auch aus dem gleichzeitigen Vorhandensein mehrerer Leerstellen berechnet. Neben der Abhängigkeit der Quadrupol-

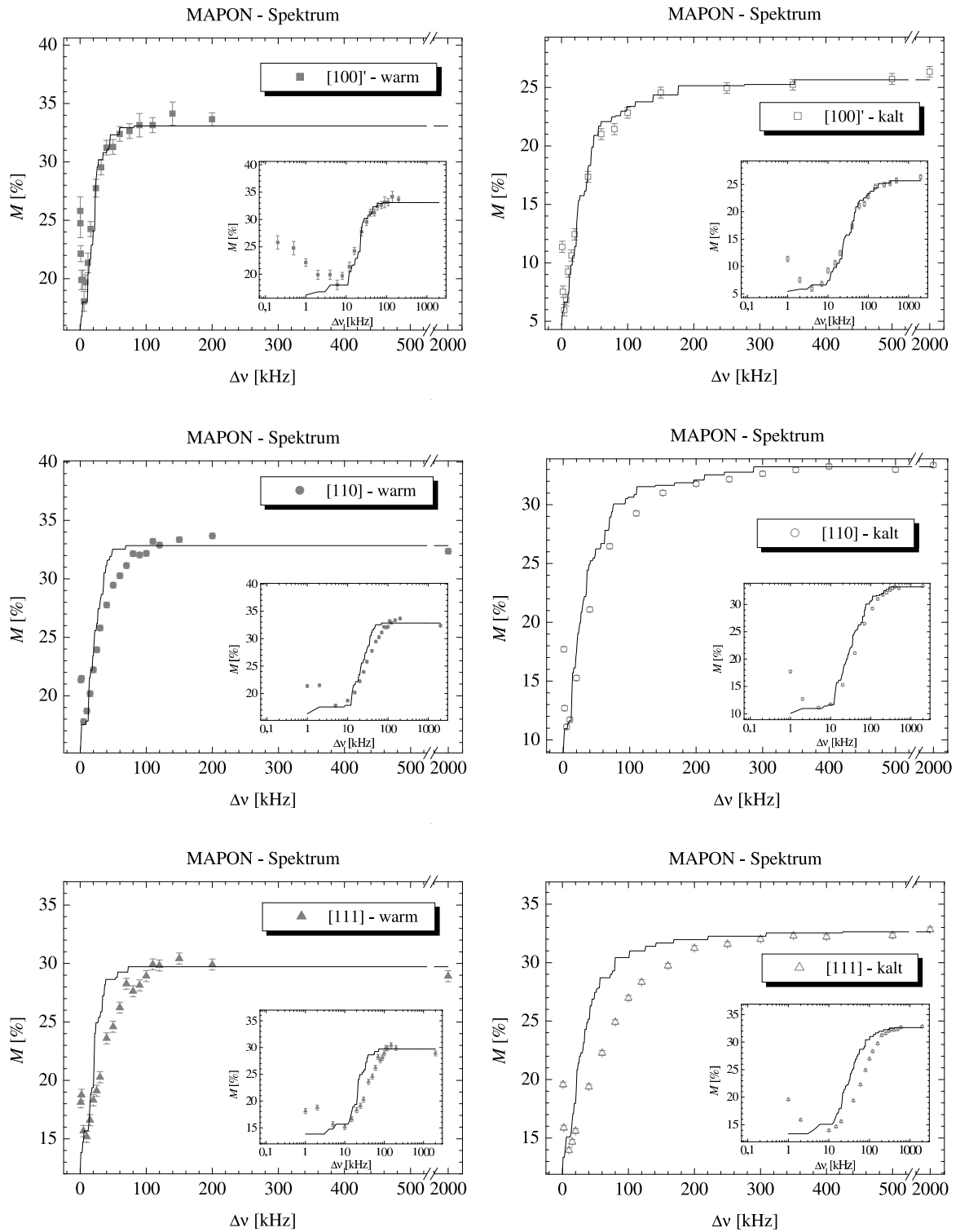


Abbildung 6.1: MAPON-Simulationsspektren der warm und kalt implantierten Proben für die drei prinzipiellen Kristallrichtungen [100]', [110] und [111] $\parallel B_{\text{ext}}$. Die durchgezogene Linie entspricht dem jeweiligen simulierten MAPON-Spektrum (siehe Text). Das jeweilige Insert zeigt das entsprechende MAPON-Spektrum mit einer logarithmisch skalierten Abszisse. Die Abweichung der Punkte bei kleinen Frequenzen ist durch das Power Broadening bedingt.

wechselwirkungsverteilung von der Kristallrichtung $\parallel B_{\text{ext}}$, die nur sehr unwahrscheinlich durch Effekte auf Grund unterschiedlicher Güte der Probenpräparation erklärt werden könnte, deuten die Anteile mit positiver Quadrupolaufspaltung auf weitere Defektarten hin. Sicherlich werden Leerstellen eine Ursache für die vorhandenen Quadrupolwechselwirkungen sein, jedoch werden weitere Defekte wie z. B. Zwischengitteratome, Leerstellen auf substitutionellen Plätzen mit Gitterdeformationen oder komplexere Defektkonfigurationen vorhanden sein und eine Rolle spielen. Auf Grund der Abhängigkeit der Quadrupolaufspaltungsfrequenz vom zweiten Legendre-Polynom wäre $|\Delta\nu_Q|$, verursacht durch einen Defekt auf einem nicht-substitutionellen Platz in $[111]$ Richtung, für $[111] \parallel B_{\text{ext}}$ größer als für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ und für $[100] \parallel B_{\text{ext}}$ gleich Null. Ein solcher Defekt, der darüber hinaus die magnetische Resonanzfrequenz nur geringfügig verändern dürfte (damit die Resonanzfrequenz nicht aus dem untersuchten Frequenzintervall herausfällt), könnte zusammen mit der oben beschriebenen Quadrupolwechselwirkungsverteilung, verursacht durch substitutionelle Leerstellen, eine Ursache für die Kristallrichtungsabhängigkeit und den Anteil mit positiver Quadrupolaufspaltung sein. Letztendlich kann, basierend auf den Messergebnissen, keine quantitative Aussage über die tatsächlich vorhandenen Defekte und die daraus resultierende Zusammensetzung der Quadrupolwechselwirkungsverteilung getroffen werden, jedoch haben die MAPON-Messungen gezeigt, dass neben einer inhomogenen magnetischen Resonanzbreite eine elektrische Verbreiterung bei den NMR/ON-Resonanzen berücksichtigt werden muss.

Die zweite Frage ist, ob (und wenn ja in welcher Weise) die unterschiedlichen EFG-Verteilungen die unterschiedlichen Formen und Breiten der NMR/ON-Resonanzen hervorrufen können. Um diese Frage zu klären, wurden NMR/ON-Simulationen durchgeführt, die im folgenden Abschnitt beschrieben sind.

6.3.1 NMR/ON-Simulation

Die NMR/ON-Resonanzen wurden mit Hilfe einer Computersimulation berechnet. Dazu wird die Hyperfeinfeldverteilung durch eine Frequenzverteilung dargestellt. Dieser Verteilung werden zunächst zwei Gaußverteilungen zu Grunde gelegt, die der magnetischen Aufspaltung entsprechen, wobei deren inhomogene „Restbreite“ (Halbwertsbreite) abgeschätzt wird und für alle Richtungen auf dem gleichen Wert festgehalten wird. Die beiden Gaußverteilungen werden dann mit jeweils einer Quadrupolaufspaltungsvertei-

lung (Gaußkurve mit Mittenfrequenz gleich Null) gefaltet. Dazu wird jeweils die magnetische Verteilung von $\nu_i - 3,5 \cdot \Gamma_i$ bis $\nu_i + 3,5 \cdot \Gamma_i$ in 1 kHz-Schritte unterteilt. Dies ergibt für eine magnetische Verteilung $n_{\text{mag}_i} = 7 \cdot \Gamma_i [\text{kHz}] + 1$ verschiedene Aufspaltungsfrequenzen. Jede dieser n_{mag_i} magnetischen Aufspaltungsfrequenzen wird mit der Quadrupolaufspaltungsverteilung gefaltet. Dazu wird die Quadrupolaufspaltungsverteilung ebenfalls von $-3,5 \cdot \Gamma_{Q_i}$ bis $+3,5 \cdot \Gamma_{Q_i}$ ($\Delta\nu_{Q_i} = 0$) in 1 kHz-Schritte unterteilt ($n_{\text{elek}_i} = 7 \cdot \Gamma_{Q_i} [\text{kHz}] + 1$). Das ergibt z. B. für die schmale NMR-Komponente bei $[110] \parallel B_{\text{ext}}$, kalt implantiert ($\Gamma \approx 1300 \text{ kHz}$) mit der breiten MAPON-Komponente ($\Gamma_Q \approx 400 \text{ kHz}$) ca. 25,5 Millionen verschiedene Systeme (Kerne) die jeweils 10 Subresonanzen ($I = 5$) haben. Zur NMR/ON-Simulation wird nun ermittelt, welche der $n_{\text{mag}_i} \cdot n_{\text{elek}_i}$ Systeme eine Aufspaltungsfrequenz hat, die in dem entsprechenden FM-Intervall liegt oder nicht. Wenn ja, werden die beiden entsprechenden Kern-Subniveaus nach Gleichung 1.38 resoniert, wobei die effektive Hochfrequenzleistung w_{rf} und die Korringakonstante C_K soweit vorhanden aus den Relaxationsmessungen übernommen werden. Die Messzeit pro Frequenzpunkt, die Schrittweite und der Modulationshub werden den NMR/ON-Messungen entsprechend gewählt. Wurde ein Subniveau einmal resoniert, wird die Besetzungszahl für die weiteren Frequenzpunkte durch Relaxation bestimmt. Aus den so gewonnen Besetzungszahlen wird dann die relative Zerstörung der Anisotropie berechnet und mit den relativen Anteilen der entsprechenden Verteilungen gewichtet aufsummiert.

Als Restbreite der magnetischen Aufspaltung wurden 100 kHz verwendet. Diese Breite hat auch schon DÄMMRICH verwendet [Däm89, S. 61], um zusammen mit einer abgeschätzten Quadrupolaufspaltung die Breite einer NMR/ON-Messung zu reproduzieren. Die hier verwendeten geringeren Dosen wurden dabei nicht berücksichtigt. Die sehr breite NMR/ON-Komponente bei den kalt implantierten Proben konnte auf diese Weise nicht reproduziert werden, so dass deren Restbreite auf entsprechend größere Werte gesetzt wurde (5 MHz bei $[100]' \parallel B_{\text{ext}}$, 6,4 MHz bei $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ und 7,2 MHz bei $[111] \parallel B_{\text{ext}}$). Tabelle 6.3 zeigt die bei den Simulationsrechnungen für die Experimente #288, #308, #316, #304, #305 und #306 verwendeten Parameter. Dabei wurden für die breite „Warm“- und die schmale „Kalt“-Komponente die jeweils breite MAPON-Komponente verwendet. Für die schmale „Warm“- und die breite „Kalt“-Komponente wurde die jeweils schmale MAPON-Komponente verwendet (siehe Tabelle 6.4), wobei die Verbreiterung durch die Quadrupolaufspaltung bei der breiten „Kalt“-Komponente auf Grund der

Impl.-temp.	Einbau-richtung	A_I [%]	Γ_{Q_I} [kHz]	A_{II} [%]	$\Gamma_{Q_{II}}$ [kHz]
warm	[100]'	28	49	38	252
	[110]	28	76	38	402
	[111]	18	104	25	480
kalt	[100]'	30	252	28	66
	[110]	38	402	28	111
	[110]	38	480	28	173

Tabelle 6.3: NMR/ON-Simulationsdaten der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die jeweils schmale NMR/ON-Komponente ist mit I und die breite mit II gekennzeichnet. Für die breite „Warm“- und die schmale „Kalt“-Komponente wurde die jeweils breite MAPON-Komponente verwendet. Für die schmale „Warm“- und die breite „Kalt“-Komponente wurde die schmale MAPON-Komponente verwendet. Die Anteile sind den NMR/ON-Daten angepasst worden. Für die Breiten siehe Tabelle 6.4 bzw. Tabellen 4.9 und 4.10.

großen Restbreite zu vernachlässigen ist. Die Anteile der einzelnen Komponenten wurden den „Warm“-Resonanzen entsprechend übernommen und nur falls nötig geringfügig angepasst.

Die aus den Simulationsrechnungen erhaltenen Verteilungen sind zusammen mit den gemessenen NMR/ON-Resonanzen in den Abbildungen 6.2, 6.3 und 6.4 gezeigt. Dabei ist eine sehr gute Übereinstimmung nicht nur in Bezug auf die Halbwertsbreiten, sondern auch in Bezug auf der Form der Resonanzen zu erkennen. Geringfügige Abweichungen wie die Breite der schmalen [110]-warm-Simulation und die etwas zu geringe Höhe der breiten [100]-kalt-Komponente verschwinden durch entsprechende Anpassung der jeweiligen Anteile. Darauf wurde hier verzichtet, um zu zeigen, wie hoch die Übereinstimmung zwischen der Messung und der Simulation mit den gemessenen Quadrupolaufspaltungsverteilungen bereits ohne eine akkurate Anpassung der einzelnen Anteile ist. Die Anteile wurden hier allerdings neu frei dem experimentellen Ergebnis angepasst. Die Summe von A_I und A_{II} ist nicht stark verschieden von dem Anteil mit „NMR-Wechselwirkung“, siehe Tabelle 4.2.

Die breite Warm-Komponente und die schmale Kalt-Komponente lassen sich durch die magnetische Restbreite von 100 kHz und die jeweils breite MAPON-Komponente reproduzieren. Möglicherweise sind diese beiden Komponenten identisch und die sehr breite Kalt-Komponente geht bei Raumtemperatur (zumindest zum Teil) in die sehr schmale Warm-Komponente über. Die schmale Warm-Komponente kann mit 100 kHz Restbreite

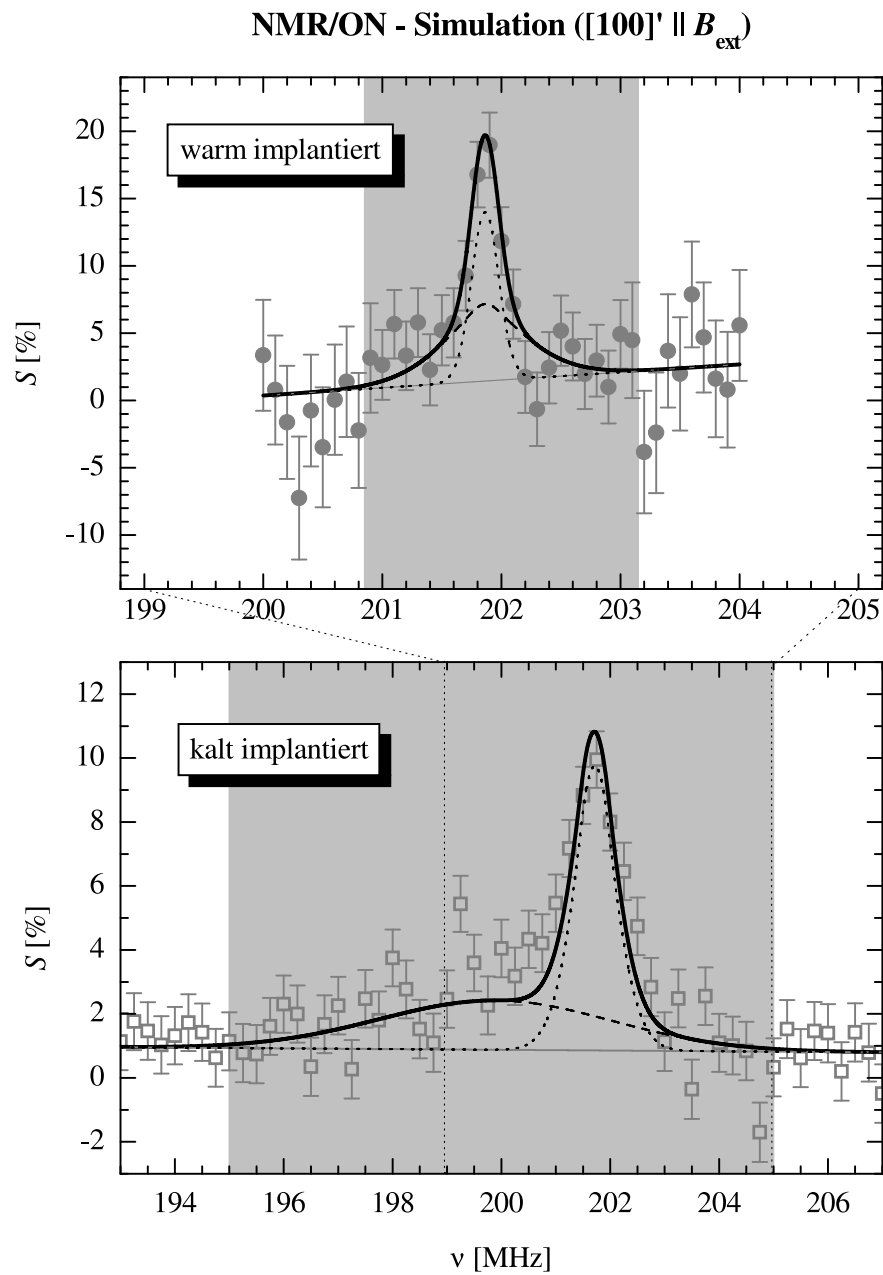


Abbildung 6.2: NMR/ON-Simulation für $[100]' \parallel B_{\text{ext}}$. Neben der gesamten simulierten Verteilung (dicke durchgezogene Linie) sind die beiden Einzelverteilungen I (gepunktete Linie) und II (gestrichelte Linie) und der gemessene Offset (dünne durchgezogene Linie) eingezeichnet. Der grau hinterlegte Bereich entspricht dem effektiven MAPON-Sweepbereich (siehe Anhang C).

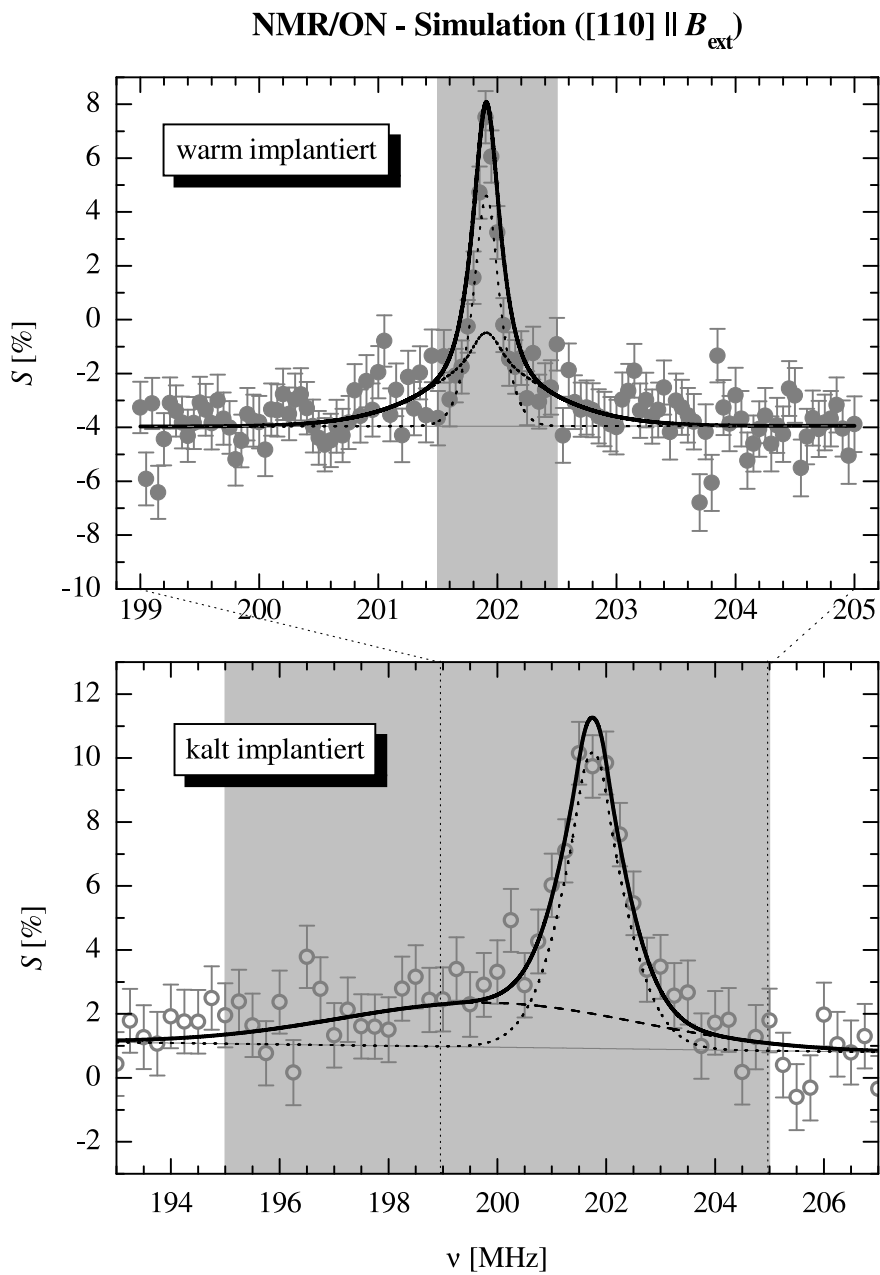


Abbildung 6.3: NMR/ON-Simulation für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$. Neben der gesamten simulierten Verteilung (dicke durchgezogene Linie) sind die beiden Einzelverteilungen I (gepunktete Linie) und II (gestrichelte Linie) und der gemessene Offset (dünne durchgezogene Linie) eingezeichnet. Der grau hinterlegte Bereich entspricht dem effektiven MAPON-Sweepbereich (siehe Anhang C).

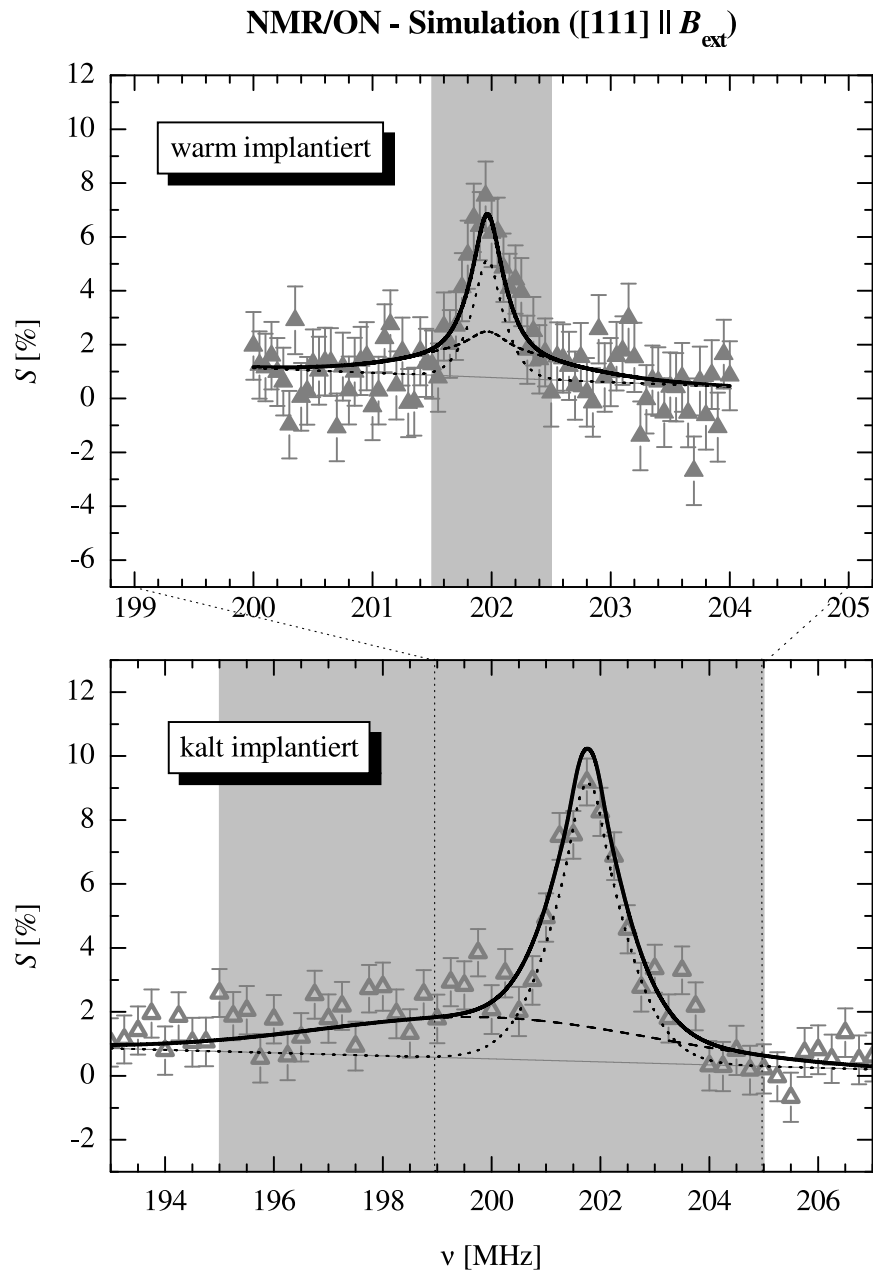


Abbildung 6.4: NMR/ON-Simulation für $[111] \parallel B_{\text{ext}}$. Neben der gesamten simulierten Verteilung (dicke durchgezogene Linie) sind die beiden Einzelverteilungen I (gepunktete Linie) und II (gestrichelte Linie) und der gemessene Offset (dünne durchgezogene Linie) eingezeichnet. Der grau hinterlegte Bereich entspricht dem effektiven MAPON-Sweepbereich (siehe Anhang C).

Impl.-temp.	Einbau-richtung	A_1 [%]	Γ_{Q_1} [kHz]	A_2 [%]	Γ_{Q_2} [kHz]	Dosis [Ionen/cm ²]
warm	[100]'	16,5 (1,1)	49 (6)	3.0 (1,3)	252	$7,5 \cdot 10^{12}$
	[110]	16,1 (8)	76 (5)	4.6 (1,3)	402	$2,7 \cdot 10^{12}$
	[111]	16,9 (1,3)	104 (11)	2.1 (2,8)	480	$3,0 \cdot 10^{13}$
kalt	[100]'	13,1 (2,1)	66 (11)	8,3 (2,2)	252 (59)	$4,2 \cdot 10^{13}$
	[110]	17,9 (1,3)	111 (8)	6,4 (1,2)	402 (67)	$3,0 \cdot 10^{13}$
	[111]	15,9 (1,4)	173 (10)	4,8 (1,4)	480 (89)	$2,9 \cdot 10^{13}$

Tabelle 6.4: Zum Vergleich sind an dieser Stelle nocheinmal die mit den MAPON-Messungen ermittelten Parameter der Quadrupolaufspaltungsverteilungen aufgeführt, wobei die Quadrupolaufspaltungsverteilung jeweils aus einer schmalen und einer breiten Komponente zusammengesetzt ist. Die Daten sind den Tabellen 4.1, 4.9 und 4.10 entnommen. Für [110] || B_{ext} und kalt implantierte Probe, sind nur die Ergebnisse aus Experiment #305 dargestellt, da die Statistik erheblich größer war, als beim Experiment #303 und die Implantationsdosis von vergleichbarer Größe wie bei den anderen „Kalt“-Experimenten war.

und der schmalen MAPON-Komponente beschrieben werden.

Die mit Hilfe der MAPON-Messungen gewonnenen Quadrupolaufspaltungsverteilungen können somit zusammen mit einer inhomogenen magnetischen Breite von 100 kHz die Linienbreiten der verschiedenen NMR/ON-Resonanzbreiten, bis auf die der breiten Kalt-Komponente erklären. Ebenso ist z. B. an Tabelle 6.3 zu sehen, dass die Breite, d. h. die Stärke, der elektrischen Quadrupolwechselwirkung für die [100] Richtung am geringsten und für die [111] Richtung am größten ist.

Die Ursache für die sehr breite Kalt-Komponente konnte mit den hier durchgeführten Einkristallmessungen der magnetischen und elektrischen Hyperfeinwechselwirkung leider nicht ermittelt werden. Sie ist wohl im Wesentlichen auf verschiedene magnetische Hyperfeinfelder infolge von Gitterdefekten zurückzuführen.

6.4 Ausblick

Im Gegensatz zu den Experimenten von VISSER *et al.* am System ^{131}IFe [Vis81, VNPdW78] konnte im System $^{82}\text{BrFe}$ keine scharfe defektassoziierte durch Quadrupolwechselwirkung aufgespaltene Nebenresonanz gefunden werden. Dagegen wurden hier Feldgradientenverteilungen um den Wert 0 gemessen. Mit ihnen kann die Form der NMR/ON-Linien

für verschiedene Implantationsbedingungen qualitativ verstanden werden. Dies zeigt, dass der inhomogenen magnetischen Verbreiterung der NMR/ON-Resonanz im System $^{82}\text{BrFe}$ eine merkliche elektrische Verbreiterung überlagert ist.

Einige Probleme konnten leider nicht erklärt werden. So passen die relativen Anteile der MAPON-Komponenten mit den vorherigen Überlegungen nicht überein. Jedoch wurde auch davon ausgegangen, dass alle Kerne eine Quadrupolaufspaltung erfahren und nicht nur ein Teil davon, was der Grund für die Unterschiede sein könnte.

Des Weiteren bleibt das Problem der breiten Warm-Komponente der NMR/ON-Resonanzen. Um sicher entscheiden zu können, ob diese Komponente stets vorhanden ist, müßten genaue Warm-Resonanz-Daten mit den Einstellungen der „Kalt-Messungen“ gemessen werden und dies über einen weiten Frequenzbereich.

Falls sich bestätigen sollte, dass die breite Warm-Komponente in den NMR/ON-Resonanzen stets vorhanden ist, müßten MAPON-Messungen bei warm implantierten Proben durchgeführt werden, die einen erheblich breiteren Sweepbereich verwenden. Ebenso wäre eine mögliche Skalierung der Halbwertsbreiten der Quadrupolaufspaltungsverteilungen mit der Implantationsdosis über einen größeren als den hier ausgemessenen Bereich denkbar. Zur Überprüfung müßten Proben mit deutlich höheren Dosen implantiert werden und entsprechende Messungen durchgeführt werden.

Darüber hinaus wären exakte Berechnungen des durch Gitterdefekte, wie z. B. Leerstellen oder Zwischengitteratome, verursachten elektrischen Feldgradienten und des entsprechenden magnetischen Hyperfeinfeldes im System $^{82}\text{BrFe}$ hilfreich, um besser abschätzen zu können, welche Art von Defekten letztendlich den EFG in $^{82}\text{BrFe}$ verursachen.

A Fe-Phasendiagramm

In Abbildung A.1 ist das aus [Ste86, S. 25] entnommene Fe-Phasendiagramm dargestellt. Gezeigt sind die verschiedenen Phasen von Eisen im Temperatur-Druck-Phasendiagramm. Die Gitterstruktur der α -Phase ist kubisch-raumzentriert (bcc)¹, die der γ -Phase ist kubisch-flächenzentriert (fcc)² und die der ε -Phase ist hexagonal (hcp)³. Bei den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Drücken $p \lesssim 1,01325 \cdot 10^5$ Pa (Normaldruck) und Temperaturen $p \lesssim 300$ K (Raumtemperatur) liegt Fe in der kubisch-raumzentrierten α -Phase vor.

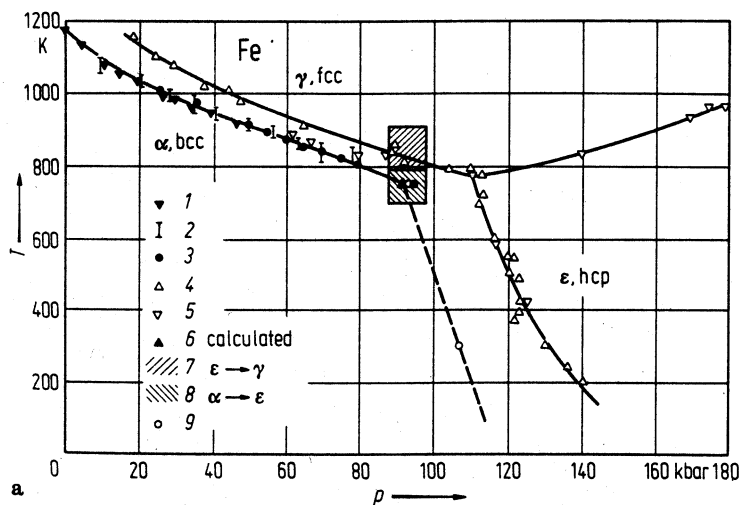


Fig. 1a. Pressure-temperature phase diagram for pure Fe [71 G 1]. 1: [62 K 1], 2: [60 C 1], 3: [63 C 1], 4: [62 J 1], 5: [65 B 1], 6: [65 B 2], 7, 8: [69 M 2], 9: [71 G 1].

Abbildung A.1: Fe-Phasendiagramm aus [Ste86, S. 25]. Gezeigt sind die verschiedenen Phasen von Eisen α , γ und ε im Temperatur-Druck-Phasendiagramm.

¹Abkürzung für kubisch raumzentriert (**b**ody **c**entered **c**ubic)

²Abkürzung für flächen raumzentriert (**f**ace **c**entered **c**ubic)

³Abkürzung für hexagonal dichteste Kugelpackung (**h**exagonal **c**lose **p**acked).

B Komplette Zerfallsschemata

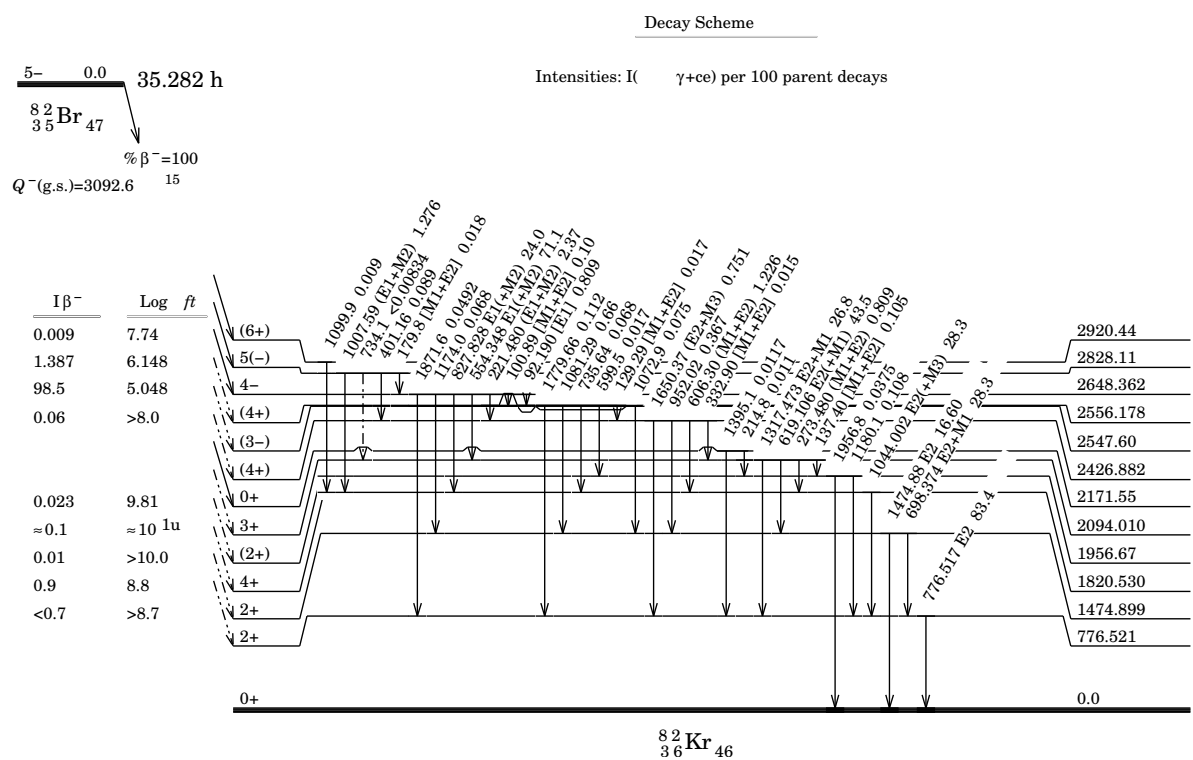


Abbildung B.1: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{82}Br [NND04].

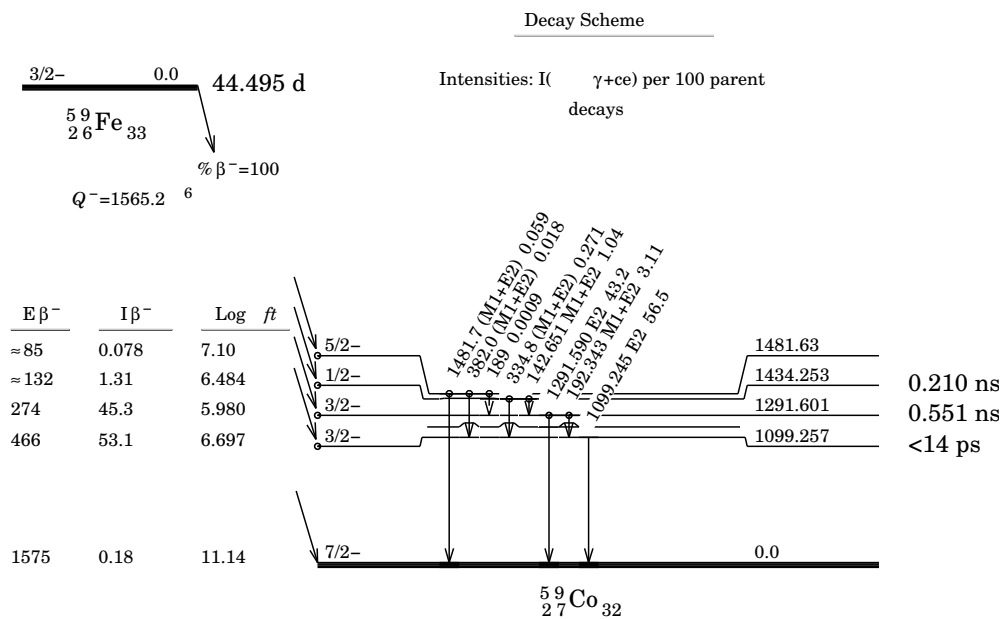


Abbildung B.2: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{59}Fe [NND04].

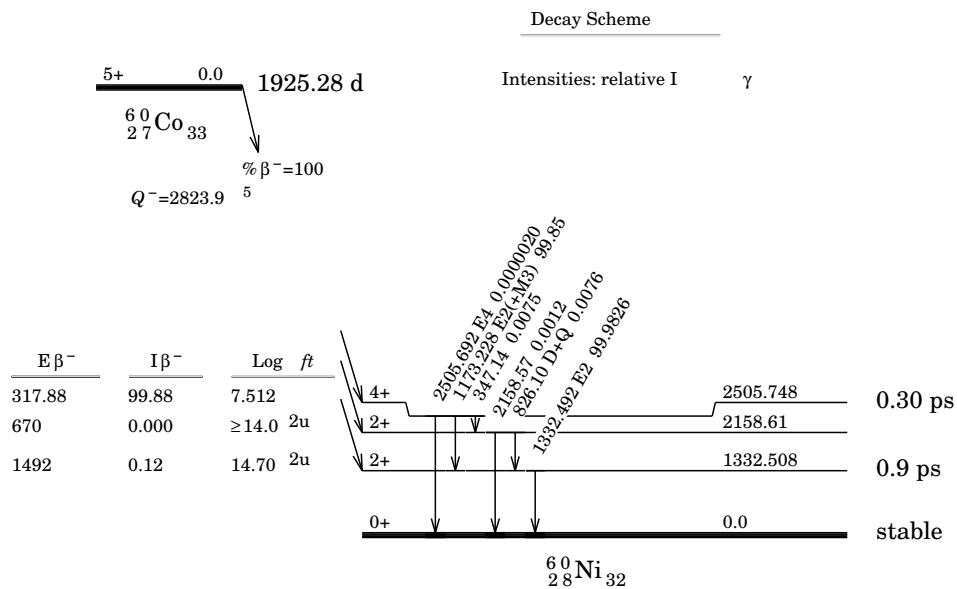


Abbildung B.3: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{60}Co [NND04].

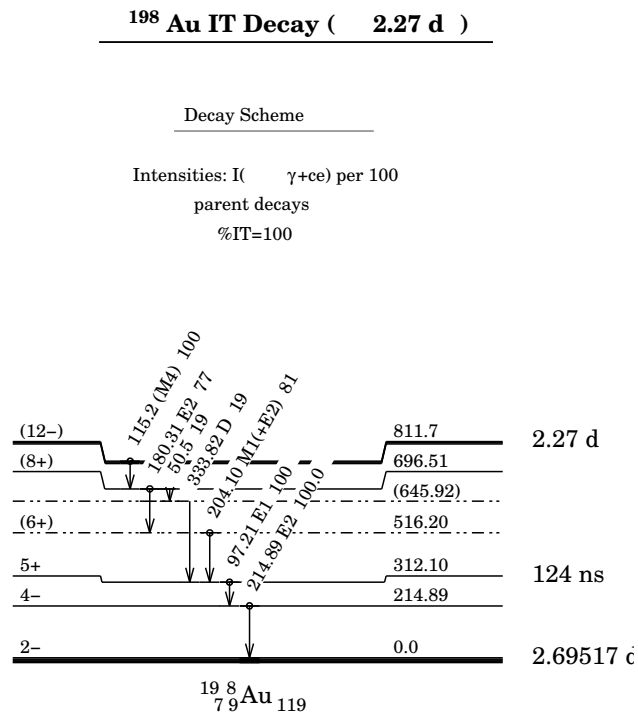


Abbildung B.4: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{198m}Au [NND04].

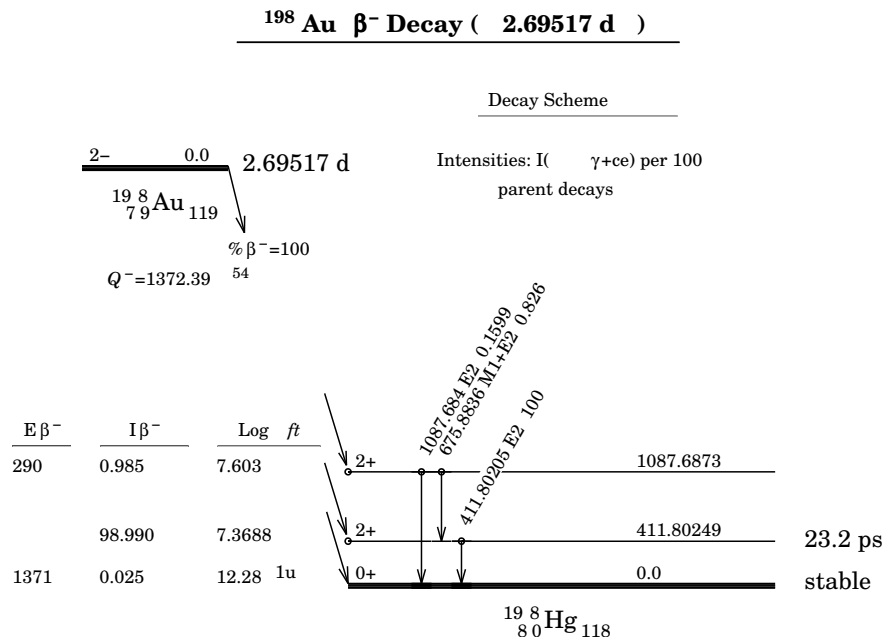


Abbildung B.5: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ¹⁹⁸Au [NND04].

¹⁹⁹Pt β⁻ Decay

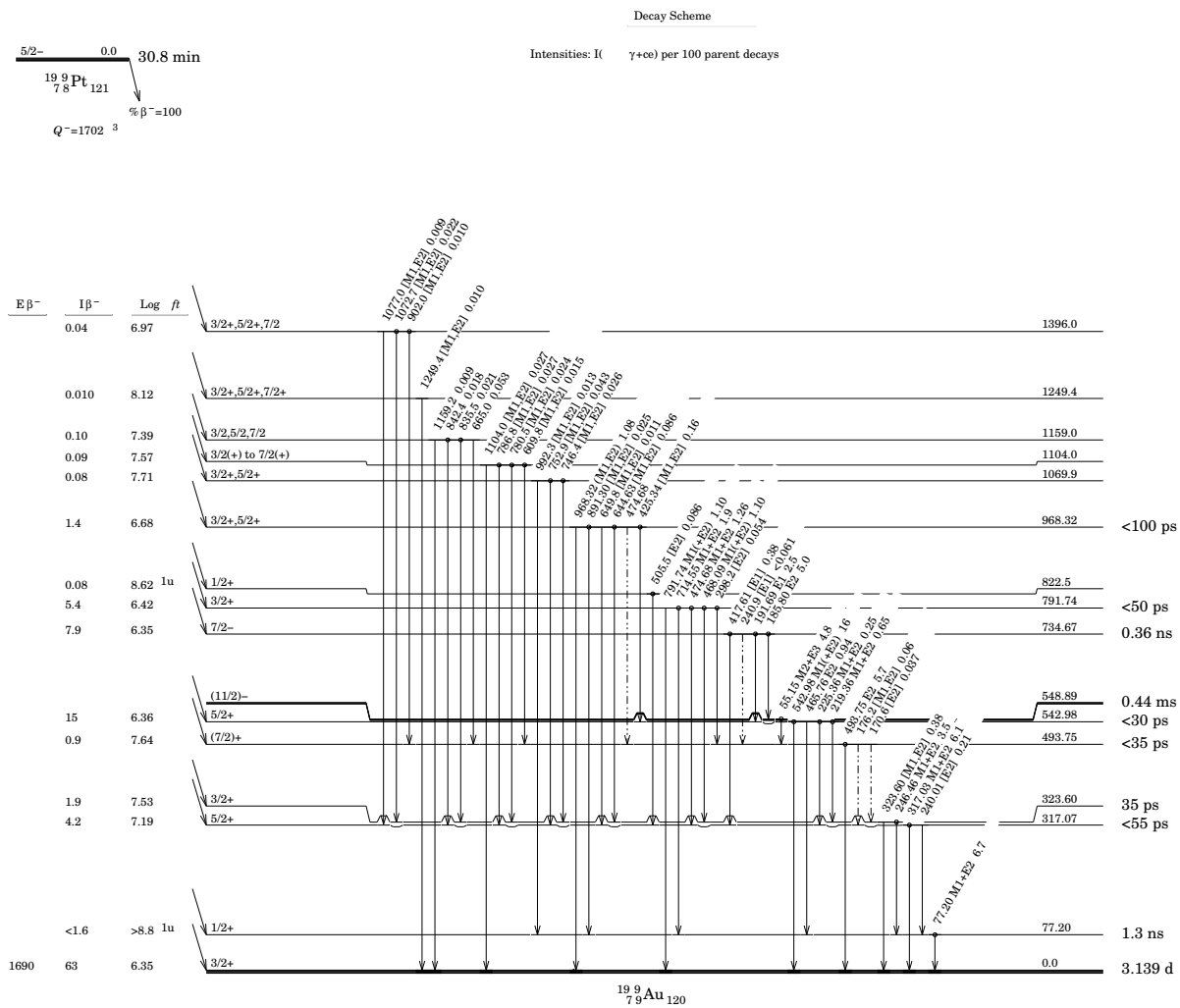


Abbildung B.6: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ¹⁹⁸Au [NND04].

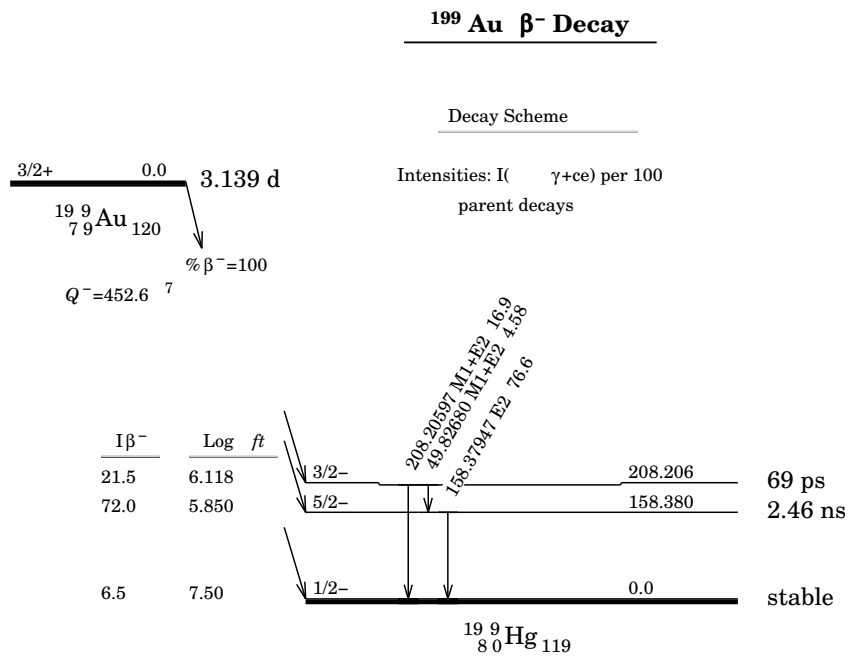


Abbildung B.7: Das Zerfallsschema zeigt den Zerfall von ^{199}Au [NND04].

C AFP- und MAPON-Sweepbereich

Abbildung C.1 zeigt die AFP- und MAPON-Sweepbereiche der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die Sweepbereiche sind zur Veranschaulichung über die NMR/ON-Spektren gelegt.

Die AFP-Sweepbereiche sind durch die senkrechten, gestrichelten Linien markiert. Der grau hinterlegte Bereich (schraffiert und nicht schraffiert) entspricht dem MAPON-Sweepbereich. Dabei ist zu beachten, dass die Frequenz ν_C , die durch die externe Spannungsrampe gesteuert einen bestimmten Frequenzbereich ($\nu_{\text{IFR}} - \nu_{\text{Hub}}$ bis $\nu_{\text{IFR}} + \nu_{\text{Hub}}$) durchläuft, durch die Amplitudenmodulation mit der Niederfrequenz ν_{mod} in die zwei Hauptfrequenzen $^1\nu_{\text{rf}} = \nu_C + \nu_{\text{mod}}$ und $^2\nu_{\text{rf}} = \nu_C - \nu_{\text{mod}}$ „aufgeteilt“ wird. Es gibt also einen Frequenzbereich am Anfang bzw. Ende des Sweepbereichs, den nur die zweite Hauptfrequenz $^2\nu_{\text{rf}}$ bzw. nur die erste Hauptfrequenz $^1\nu_{\text{rf}}$ durchläuft. Die Mitte zwischen den unterschiedlich schraffierten Bereichen (bei den „Kalt“-Experimenten übereinstimmend mit den AFP-Grenzen) stellt die Grenzen des Sweepbereichs von ν_C dar. Den von links-oben nach rechts-unten schraffierten Bereich durchläuft auf jeden Fall nur eine Frequenz. Dabei wird je nach Größe der Modulationsfrequenz ν_{mod} aber nur ein Teil des Bereichs überstrichen. Dargestellt ist der maximale Bereich für die größte verwendete Modulationsfrequenz. Den aufsteigend schraffierten Bereich durchläuft je nach Größe der Modulationsfrequenz nur eine Hauptfrequenz oder aber beide Hauptfrequenzen durchlaufen diesen Bereich. Auch hier ist der maximale Bereich eingezeichnet, der bei der größten Modulationsfrequenz von nur einer Hauptfrequenz durchlaufen wird. Der gleichmäßig grau hinterlegte Bereich entspricht also dem Bereich, der in jedem Fall bei allen verwendeten Modulationsfrequenzen von beiden Hauptfrequenzen durchlaufen wird.

Liegt also ein Teil der Frequenzverteilung in einem der schraffierten Bereiche, erfahren einige Kerne keinen MAPON-Sweep. Da bei diesen Kernen der Sweep mitten in der Verteilung beginnt bzw. endet, kann nicht unbedingt davon ausgegangen werden, dass es sich für diese Kerne um einen „reinen AFP-Sweep“ handelt. Eine Vorhersage, ob das

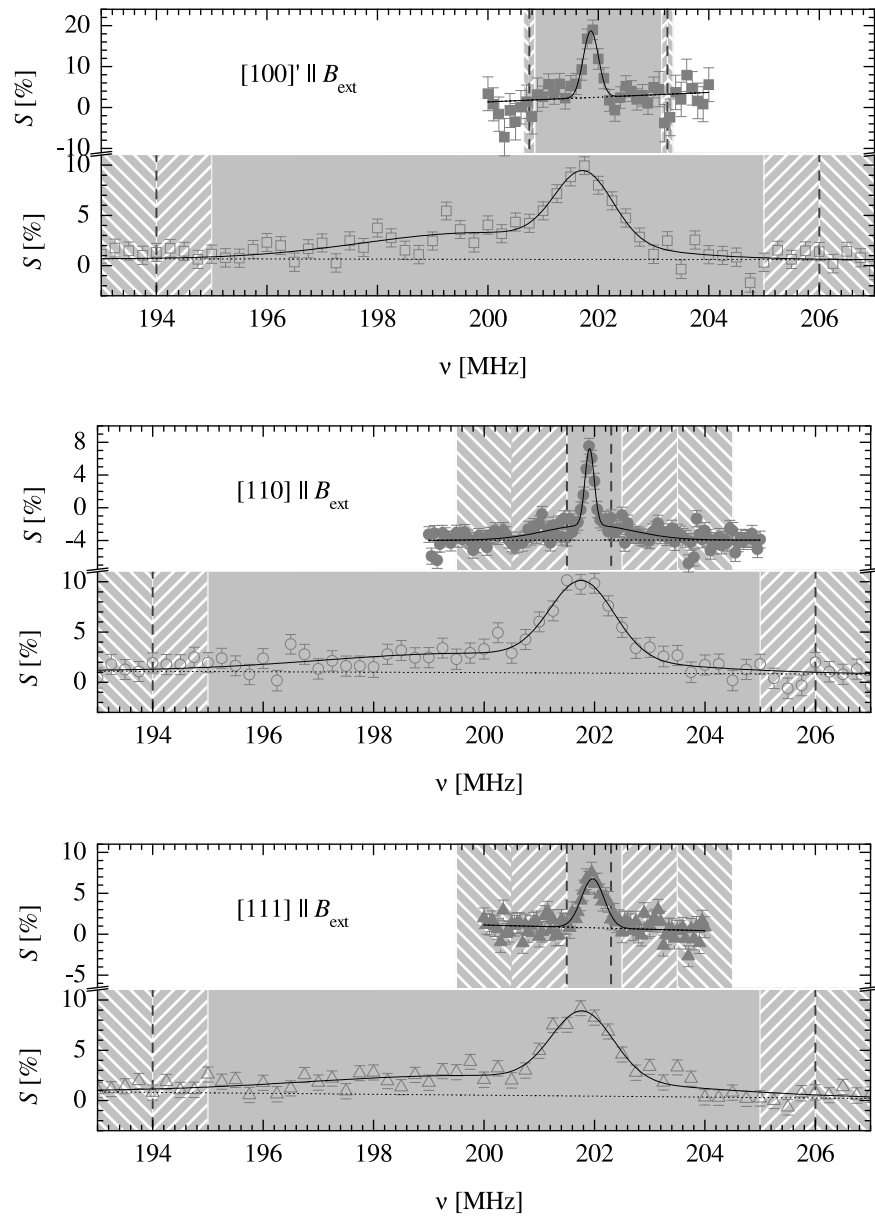


Abbildung C.1: AFP- und MAPON-Sweepbereiche der $^{82}\text{BrFe}$ -Experimente. Die Sweepbereiche sind zur Veranschaulichung über die NMR/ON-Spektren (volle Symbole warm und offene Symbole kalt implantiert) gelegt. Für $[110] \parallel B_{\text{ext}}$ ist für die kalt implantierte Probe nur das Resonanzspektrum aus Experiment #305 gezeigt.

„MAPON-Signal“ dadurch vergrößert oder verkleinert wird und ob es stets in die gleiche Richtung verändert wird, läßt sich nicht treffen.

D Umrechnungen

Mit den aus [Hag02] verwendeten physikalischen Konstanten können für den Zusammenhang zwischen der magnetischen Resonanzfrequenz ν_M und dem magnetischen Hyperfeinfeld B_{hf} (siehe Gleichung 1.45) sowie dem Zusammenhang zwischen der elektrischen Quadrupolaufspaltungsfrequenz $\Delta\nu_Q$ und dem elektrischen Feldgradienten V_{zz} (siehe Gleichungen 1.3 und 1.46) folgende Zahlenwerte angegeben werden:

$$\nu_M [\text{MHz}] = 7,6226 \cdot g \cdot B_{\text{hf}} [\text{T}] \quad (\text{D.1})$$

$$\Delta\nu_Q [\text{kHz}] = 3627 \cdot \frac{Q [\text{b}]}{I(2I-1)} \cdot V_{zz} \left[10^{20} \frac{\text{V}}{\text{m}^2} \right]. \quad (\text{D.2})$$

Dabei sind $g = \mu [\mu_K] / I$ der g-Faktor, μ das magnetische Moment in Einheiten des Kernmagnetons μ_K , I der Kernspin und $Q [\text{b}]$ das spektroskopische Quadrupolmoment des Korns in den Einheiten $\text{b} = \text{barn} = 10^{-28} \text{m}^2$. Der relative Fehler durch den gerundeten Zahlenwert beträgt bei der Frequenz-Magnetfeld-Umrechnung bzw. Frequenz-Feldgradient-Umrechnung $8 \cdot 10^{-7}$ bzw. $4 \cdot 10^{-6}$, während der relative Fehler der ungerundeten Zahlenwerte in beiden Fällen $9 \cdot 10^{-8}$ beträgt. So führt die Rundung zwar zu einem erheblich größerem Fehler als dem der Konstanten selbst; jedoch bleibt er so klein, dass er im Allgemeinen zu vernachlässigen ist.

Die Umrechnung zwischen den beiden Einheiten Tesla (T) und Kilogaß (kG) für das Magnetfeld (genauer gesagt für die magnetische Induktion) lautet:

$$1 \text{ T} = 10 \text{ kG}.$$

Literaturverzeichnis

- [Abr61] A. ABRAGAM: *The Principles of Nuclear Magnetism*. Clarendon Press, Oxford (1961).
- [ACP74] R.B. ALEXANDER, P.T. CALLAGHAN und J.M. POATE: *Use of the channeling technique and calculated angular distributions to locate Br implanted into Fe single crystals*. Phys. Rev. B **9**, 3022 (1974).
- [ARB88] R.S. AVERBACK, , T. DIAZ DE LA RUBIAB und R. BENEDEK: *Dynamics and structure of energetic displacement cascades*. Nucl. Instr. and Meth. B **33**, 693 (1988).
- [AS87] R.S. AVERBACK und D.N. SEIDMAN: *Vacancies and Interstitials in Metals and Alloys*. Mat. Sci. Forum **15-18**, 963 (1987).
- [Ave86] R.S. AVERBACK: *Fundamental aspects of ion beam mixing*. Nucl. Instr. and Meth. B **15**, 675 (1986).
- [Bab98] B. BABIK: *Untersuchung der Hyperfeinwechselwirkung in verschiedenen magnetischen Matrizen mit der Methode der Kernorientierung sowie statischer und dynamischer NMR/ON*. Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1998).
- [Bac88] P.J. BACK: *The Mapon Technique and Recent Developments*. Hyp. Int. **43**, 211 (1988).
- [BBB⁺72] F. BACON, J.A. BARCLAY, W.D. BREWER, D.A. SHIRLEY und J.E. TEMPLETON: *Temperature-Independent Spin-Lattice Relaxation Time in Metals at Very Low Temperatures*. Phys. Rev. B **5**, 2397 (1972).

- [BCC88] P.J. BACK, D.H. CHAPLIN und P.T. CALLAGHAN: *Modulated adiabatic passage of oriented nuclei, II. Experimental results for CoFe alloys*. Phys. Rev. B **37**, 4911 (1988).
- [BS77] K.P. BARR und R.C. SAPP: *Beta radiations from ^{59}Fe and ^{60}Co nuclei polarized in iron foils cooled by dilution refrigeration*. Phys. Rev. C **15**, 434 (1977).
- [CBC88] P.T. CALLAGHAN, P.J. BACK und D.H. CHAPLIN: *Modulated adiabatic passage of oriented nuclei, I. The theory*. Phys. Rev. B **37**, 4900 (1988).
- [CJS74] P.T. CALLAGHAN, P.D. JOHNSTON und N.J. STONE: *The theory of single passage nuclear magnetic resonance on oriented nuclei with small electric quadrupole interaction*. J. Phys. C **7**, 3161 (1974).
- [Däm89] U. DÄMMRICH: *Untersuchung der Hyperfeinwechselwirkung von Brom in Eisen nach Implantation bei Raumtemperatur und Temperaturen unter 0,2 K*. Doktorarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1989).
- [FJ69] F.D. FEIOCK und W.R. JOHNSON: *Atomic Susceptibilities and Shielding Factors*. Phys. Rev. **187**, 39 (1969).
- [Fre99] K. FREITAG: *Private Mitteilung*. Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1999).
- [Fri92] B. FRIEDRICH: *Installation des neuen 400 μW $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten der Anlage FOLBIS und Messung des elektrischen Feldgradienten von $^{82}\text{BrBe}$* . Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1992).
- [Fuc95] A. FUCHS: *Bau eines Teilchendetektors für den $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten der Anlage FOLBIS*. Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1995).
- [Geh75] G.A. GEHRING: *Recent Developments in the Calculation of Hyperfine Anomalies and Electric Field Gradients in Ferromagnetic Metals and Alloys*. Phys. Script. **11**, 215 (1975).

- [Gri92] M. GRIEBEL: *Ein Router zur ADC-Verwaltung und NMR/ON- und NO- Messungen am System ^{131}IFe* . Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1992).
- [Haa80] W. HAAKS: *Kernresonanz an orientiertem ^{60}Co , ^{131}I , ^{183}Re , ^{183}Os und Relaxationsmessungen an ^{131}I in Eisen*. Doktorarbeit, Universität Hamburg (1980).
- [Hag82] E. HAGN: *New method for the determination of the sign and magnitude of electric quadrupole splittings. I. Theoretical considerations*. Phys. Rev. B **25**, 1521 (1982).
- [Hag02] K. HAGIWARA et al.: *PARTICLE PHYSICS BOOKLET*. particle data group, <http://pdg.lbl.gov/>, (Juli 2002). Extracted from the *Review of Particle Physics* K. HAGIWARA et al., Physical Review D **66**, 010001 (2002).
- [HCO⁺02] W.D. HUTCHISON, D.H. CHAPLIN, S. OHYA, S. MUTO, K. NISHIMURA, H. SATO, Y. KAWAMURA, und A.E. STUCHBERY: *Electric field gradient in ferromagnetic iron measured with beta-detected modulated adiabatic passage on oriented nuclei*. Phys. Rev. B **66**, 134425 (2002).
- [HDF⁺87] P. HERZOG, U. DÄMMRICH, K. FREITAG, B. PRILLWITZ, J. PRINZ und K. SCHLÖSSER: *Hyperfine interaction studies by nuclear orientation and NMR/ON on-line to an electromagnetic isotope separator—Experiences with the system FOLBIS*. Nucl. Instr. and Meth. B **26**, 471 (1987).
- [Her86] P. HERZOG: *Low Temperature Nuclear Orientation*, Kapitel 15. On-line nuclear orientation, Seiten 731–768. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam (1986).
- [Her90] P. HERZOG: *Problems Involved in Cold and Warm Implantation Studied by Nuclear Orientation*. Hyp. Int. **60**, 563 (1990).
- [HFF⁺78] P. HERZOG, H.R. FOLLE, K. FREITAG, A. KLUGE, M. REUSCHENBACH und E. BODENSTEDT: *A Dilution Refrigerator For Low Temperature Nuclear Orientation Experiments On Line To An Isotope Separator*. Nucl. Instr. and Meth. **155**, 421 (1978).

- [HM70] E.A. HEIGHWAY und J.D. MACARTHUR: *The Effect of a Finite Size Source on Angular Distribution Attenuation Coefficients*. Nucl. Instr. and Meth. **79**, 224 (1970).
- [JCRN85] W.L. JOHNSON, Y.T. CHENG, M. VAN ROSSUM und M-A. NICOLET: *When is thermodynamics relevant to ion-induced atomic rearrangements in metals?* Nucl. Instr. and Meth. B **7/8**, 657 (1985).
- [JS65] R.I. JOSEPH und E. SCHLÖMANN: *Demagnetizing Field in Nonellipsoidal Bodies*. J. Appl. Phys. **36**, 1579 (1965).
- [KF88] C. KITTEL und C.Y. FONG: *Quantentheorie der Festkörper*. R. Oldenburgerverlag, München, Wien, 2. Auflage (1988).
- [KK81] M. KOPP und E. KLEIN: *Nuclear Spin Lattice Relaxation of $^{58}\text{CoFe}$ and $^{60}\text{CoFe}$ Measured by the Thermal Cycling Method*. Hyp. Int. **11**, 153 (1981).
- [Kle86] E. KLEIN: *Low Temperature Nuclear Orientation*, Kapitel 12. Relaxation phenomena, Seiten 579–640. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam (1986).
- [Kop93] K. KOPITZKI: *Einführung in die Festkörperphysik*. Teubner Studienbücher: Physik. B.G. Teubner Stuttgart, Stuttgart, bearb. von P. Herzog, 3. durchgesehene Auflage (1993).
- [Kra86] K.S. KRANE: *Low Temperature Nuclear Orientation*, Kapitel 2. Nuclear orientation formalism, Seiten 31–112. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam (1986).
- [KRS76] K.S. KRANE, S.S. ROSENBLUM und W.A. STEYERT: *Nuclear magnetic moment of ^{59}Fe* . Phys. Rev. C **14**, 653 (1976).
- [KV60] W. KOHN und S.H. VOSKO: *Theory of Nuclear Resonance Intensity in Dilute Alloys*. Phys. Rev. **119**, 912 (1960).
- [Lou74] O.V. LOUNASMAA: *Experimental Principles and Methodes below 1 Kelvin*. Academic Press, London and New York (1974).

- [Mai99] K. MAIER: *Private Mitteilung*. Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1999).
- [Mau91] R. MAUTH: *Ein Datenerfassungssystem für die Tieftemperaturkernorientierungsanlage FOLBIS und Messungen am ^{87m}Y* . Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1991).
- [MK94] T. MAYER-KUCKUK: *Kernphysik*. Teubner Studienbücher: Physik. B.G. Teubner Stuttgart, Stuttgart, 6. durchgesehene Auflage (1994).
- [Nie57] K.O. NIELSON: *The development of magnetic ion sources for an electromagnetic isotope separator*. Nucl. Instr. **1**, 289 (1957).
- [NND04] NNDC(BNL): *Evaluated Nuclear Structure Data File (ENSDF)*. <http://www.nndc.bnl.gov/nndc/ensdf/>, National Nuclear Data Center, Brookhaven National Laboratory, Upton, NY 11973-5000 (2004).
- [NTT72] M.J. NEWMAN, L.R. TURNER und C.W. TROWBRIDGE: *GFUN: An Interactive Program as an Aid to Magnet Design*. In: *Proceedings 4th International Conference on Magnet Technology (MT4)*, Seiten 617–626, Brookhaven National Laboratory (1972).
- [OCYO96] T. OHTSUBO, D.J. CHO, Y. YANAGIHASHI und S. OHYA: *Measurement of the nuclear magnetic moments of ^{57}Ni and ^{59}Fe* . Phys. Rev. C **54**, 554 (1996).
- [Osb45] J.A. OSBORN: *Demagnetizing Factors of the General Ellipsoid*. Phys. Rev. **67**, 351 (1945).
- [Oxf91] OXFORD INSTRUMENTS LTD., Osney Mead, Oxford, U.K.: *Model 400TL Dilution Refrigerator With Side Access For On Line Experiments, Instruction Manual* (1991).
- [Rag89] P. RAGHAVAN: *Table of Nuclear Moments*. At. Data Nucl. Data Tables **42**, 189 (1989).
- [RHD⁺81] H.D. RÜTER, W. HAAKS, E.W. DUCZYNSKI, E. GERDAU, D. VISSER und L. NIESEN: *Nuclear Spin-Lattice Relaxation of ^{131}I in Fe Single Crystals*. Hyp. Int. **9**, 385 (1981).

- [Ros53] M.E. ROSE: *The Analysis of Angular Correlation and Angular Distribution Data*. Phys. Rev. **91**, 610 (1953).
- [RWB75] S. RAMAN, T.A. WALKIEWICZ und H. BEHRENS: *Superallowed $0^+ \rightarrow 0^+$ and Isospin-Forbidden $J^\pi \rightarrow J^\pi$ Fermi Transitions*. At. Data Nucl. Data Tables **16**, 451 (1975).
- [Sch78] W. SCHILLING: *The Physics of Radiation Damage in Metals*. Hyp. Int. **4**, 636 (1978).
- [Sch98] J. SCHÜTH: *Private Mitteilung*. Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1998).
- [See66] A. SEEGER: *Probleme der Metallphysik*, Band 2. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1966).
- [See99a] G. SEEWALD: *Der elektrische Feldgradient im kubischen Ferromagneten*. Doktorarbeit, Technische Universität München (1999).
- [See99b] G. SEEWALD: *Private Mitteilung*. Technische Universität München (1999).
- [See04] G. SEEWALD: *Private Mitteilung*. Technische Universität München (2004).
- [SEPM74] W. SEELMANN-EGGEBERT, G. PFENNIG und H. MÜNZEL: *Karlsruher Nuklidkarte*. 4. Auflage, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1974).
- [Sev93] P. SEVENICH: *Herstellung und Eichung eines $^{54}\text{MnNi}$ -Thermometers und Untersuchungen der Quadrupolwechselwirkung von $^{82}\text{BrZn}$* . Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1993).
- [SHZ⁺98] G. SEEWALD, E. HAGN, E. ZECH, K. FREITAG, P. HERZOG und D. FORKEL-WIRTH: *Drastic Increase of the Nuclear Deformation in Bromine between $A = 79$ and 77* . Phys. Rev. Lett. **80**, 5289 (1998).
- [SHZ⁺99] G. SEEWALD, E. HAGN, E. ZECH, K. FREITAG und P. HERZOG: *Nuclear magnetic resonance of ^{82}Br in hcp Co*. Phys. Rev. B **59**, 13948 (1999).
- [Sie65] K. SIEGBAHN: *Alpha-, Beta- and Gamma-Ray Spectroscopy*, Band 2. North-Holland Publishing Company, Amsterdam (1965).

- [Sli92] C.P. SLICHTER: *Principles of Magnetic Resonance*, Band 1 der Reihe *Springer Series in Solid-State Sciences*. Springer-Verlag, Berlin, 3. erweiterte und aktualisierte Auflage, (korrigierter 2. Druck, 1992).
- [SP86] N.J. STONE und H. POSTMA: *Low Temperature Nuclear Orientation*. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam (1986).
- [Ste86] M.B. STEARNS: *Magnetische Eigenschaften von Metallen*. In: H.P.J. WIJN (Herausgeber): *LANDOLT-BÖRNSTEIN*, Band 19a der Reihe *III*, Neue Serie, Seite 24. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (1986).
- [Sto86] N.J. STONE: *Low Temperature Nuclear Orientation*, Kapitel 13. Nuclear magnetic resonance of oriented nuclei, I. Continuous wave methods, Seiten 641–692. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam (1986).
- [Sto04] D. STOCKMAN: *E-Mail-Antwort auf Anfrage*. Director, Marketing Communications; Aeroflex Test Solutions (2004).
- [Str64] R.L. STREEVER: *Nuclear Magnetic Relaxation of the Impurity Nucleus in Dilute Ferromagnetic Alloys*. Phys. Rev. **134**, A1612 (1964).
- [SZHK03] G. SEEWALD, E. ZECH, E. HAGN und H.-J. KÖRNER: *Fe foils with single-crystal-like texture for hyperfine interaction studies: Anisotropy of the hyperfine field in Fe*. Phys. Rev. B **68**, 014402 (2003).
- [TAKM87] A. TUROS, A. AZZAM, M.K. KLOSKA und O. MEYER: *Lattice Site Occupation of Non-Soluble Elements Implanted in Metals*. Nucl. Instr. and Meth. B **19/20**, 123 (1987).
- [Tra99] C. TRAMM: *Untersuchung der Auswirkung ausgewählter Meßparameter auf eine MAPON-Messung sowie Bestimmung des Hyperfeinfeldes in Co₆₀Pd₄₀*. Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1999).
- [Trä66] H. TRÄUBLE: *Probleme der Metallphysik*, Band 2, Kapitel 9 Magnetisierungskurve der Ferromagnetika, Seiten 157–475. Springer, Berlin, Heidelberg, New York (1966).
- [Tul03] J.K. TULI: *Nuclear Data Sheets for A = 82*. Nucl. Data Sheets **98**, 209 (2003).

- [Van86] L. VANNESTE: *Low Temperature Nuclear Orientation*, Kapitel 3. Alpha- and beta-emission from oriented nuclei, Seiten 113–148. North-Holland Physics Publishing, Amsterdam (1986).
- [Vis81] D. VISSER: *Magnetic Resonance on Oriented ^{131}I Nuclei in Iron*. Doktorarbeit, Universität Groningen (1981).
- [VNPdW78] D. VISSER, L. NIESEN, H. POSTMA und H. DE WAARD: *NMR on Oriented ^{131}I Nuclei Implanted in Single-Crystal Iron: Observation of Vacancy-Associated Impurity Sites*. Phys. Rev. Lett. **41**, 882 (1978).
- [VP71] C.E. VIOLET und D.N. PIPKORN: *Mössbauer Line Positions and Hyperfine Interactions in α Iron*. J. Appl. Phys. **42**, 4339 (1971).
- [Wal84] J. WALITZKI: *Labor-Manual*. FOLBIS-Eigenanfertigung; Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn (1984).
- [Weg62] M. WEGER: *Longitudinal Nuclear Magnetic Relaxation in Ferromagnetic Iron, Cobalt, and Nickel*. Phys. Rev. **128**, 1505 (1962).
- [Wu65] C.S. WU: *Alpha-, Beta- and Gamma-Ray Spectroscopy*, Band 2, Kapitel 24 D, Seite 1415. North-Holland Publishing Company, Amsterdam (1965).
- [YHS94] N. YAZIDJOGLOU, W.D. HUTCHISON und G.A. STEWART: *Transient NMRON studies of dilute ^{54}Mn in single-crystal Fe*. J. Phys.: Condens. Matter **6**, 7109 (1994).

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr. Peter Herzog, ohne den diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre. Für die herzliche Betreuung, das mir entgegengebrachte große Vertrauen, wodurch ich viele Freiräume hatte, für die lehrreichen Diskussionen sowie für die ausführliche und sorgfältige Korrektur des Manuskripts bedanke ich mich ganz herzlich.

Prof. Dr. Karl Maier danke ich für die bereitwillige Übernahme des Korreferats, für die weiterführenden Diskussionen sowie für die hilfreichen Tipps.

Dem gesamten Isotopenseparatorsteam sowie den ehemaligen Mitarbeitern danke ich nicht nur für die Probenherstellung, sondern auch für die gute Zusammenarbeit und für deren unermüdliche Hilfsbereitschaft.

Ich danke den Mitarbeitern der Kernorientierungsgruppe der Technischen Universität München, Dr. Günter Seewald und Dr. Ernst Zech, für die zahlreichen Hilfen bei verschiedensten Detailfragen, insbesondere für die starke Unterstützung bei der Berechnung der Demagnetisierungsfelder, sowie für die überlassenen FeFe -Proben und den Fe-Einkristall.

Allen Institutsmitgliedern danke ich für die angenehme Atmosphäre. Ausdrücklich danke ich denen, die eine ausreichende Finanzierung, insbesondere nach der Geburt meiner Tochter, für mich ermöglicht haben. Des Weiteren bedanke ich mich bei den Mitarbeitern der Elektronikwerkstatt, der Feinmechanischen Werkstatt und des Sekretariats für die Hilfe bei alltäglichen und nichtalltäglichen Arbeiten. Besonders danke ich den Mitgliedern der Maier-Gruppe für diverse Hilfestellungen sowie für die angenehmen „Schwätzchen“ zwischendurch. Dr. Harald van Pee danke für die umfangreiche Hilfe bei Problemen mit dem Linux-PC.

Für die Korrektur des Manuskripts danke ich meiner Schwiegermutter Gundel Reske, meinem Schwager Dr. Joachim Reske (vielen Dank für den „Gewaltakt“ 150 Seiten in 36 Stunden) und meiner Frau Claudia Tramm.

Für die vielen physikalischen Diskussionen und Erklärungen danke ich meinem Schwager Dr. Joachim Reske und Dr. Andreas Schulz (vielen Dank auch für die wöchentlichen Mittagspausen mit „geistreichen“ Gesprächen). Die „Magic“ Mittagspausen mit Dr. Helmut Hainer bleiben unvergesslich.

Meinem Bruder und Freund Martin Tramm danke ich nicht nur dafür, dass er mich nach Bonn gelotst hat, sondern auch für die stetige Hilfe in allen Lebenslagen und für vieles vieles mehr.

Meinen Eltern Roswitha und Dietrich Tramm danke ich nicht zuletzt dafür, dass sie erst mir mein Physikstudium in vielerlei Hinsicht ermöglicht haben. Vielen Dank für Alles!

Meiner Frau Claudia Tramm danke ich in inniger Liebe für die große Geduld, für das aufopfernde frühe Aufstehen nach der Geburt unserer Tochter Annika, für die große Geborgenheit, die sie zu Hause schafft und für vieles mehr. Danke!

Meiner Tochter Annika danke ich für die große Freude, die sie versprüht und für die Gelassenheit, die sie in mir weckt.