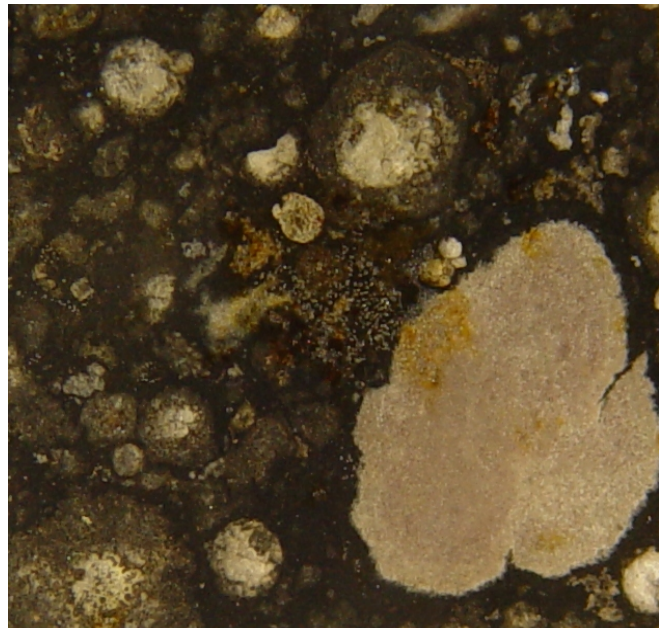
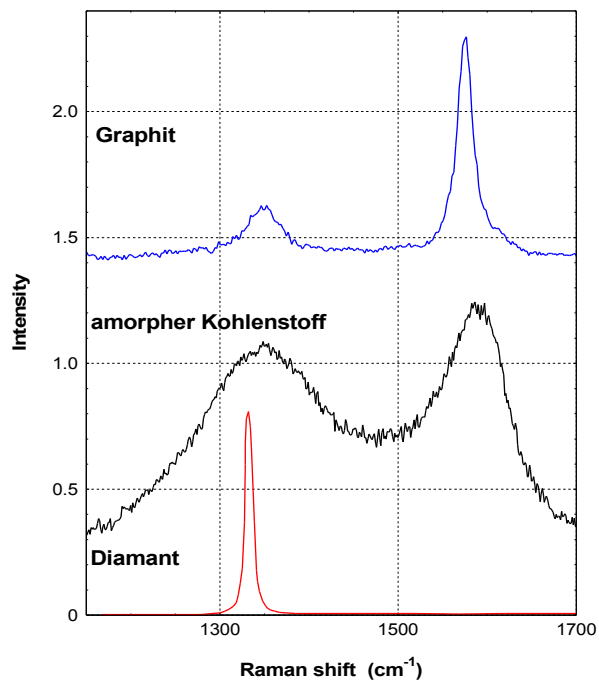


Spektroskopische Analyse von Meteoriten und Staubanaloga



1. Grundlagen

A) Zusammenfassung

Etwa 1 Masseprozent des interstellaren Mediums in der Galaxis wird von submikrometergroßen Staubteilchen gebildet, die die in Sternen produzierten schwereren Elemente enthalten. Planetensysteme wie unseres bestehen zu großen Teilen aus Mineralen, die aus diesen Staubteilchen hervorgegangen sind. Die Feststoffe sind sowohl im interstellaren Raum als auch bei der Stern- und Planetenentstehung Prozessen unterworfen, die zur Herausbildung spezifischer physikalischer und chemisch/mineralogischer Eigenschaften führen. Mit Hilfe von spektroskopischen Beobachtungen und Messungen insbesondere im Frequenzbereich der Gitterschwingungen kann man diese Eigenschaften bei interstellaren Wolken, in Bildung befindlichen bzw. entwickelten Planetensystemen oder auch an ursprünglichem Material unseres Sonnensystems untersuchen und in ein Bild der abgelaufenen physikalischen Prozesse einordnen. Labormessungen sind hierbei unerlässlich, um die Auswirkungen der Prozesse auf mineralogische Eigenschaften zu verstehen und spektroskopische Vergleichsdaten zu liefern. Der Versuch soll mit Grundlagen der Schwingungsspektroskopie an Mineralen und Staubpartikeln vertraut machen und einfache Anwendungen der erhaltenen Labordaten demonstrieren.

B) Lernziele und Methoden

- Kennenlernen von Methoden und Instrumenten der Schwingungsspektroskopie (Raman-Spektroskopie, FTIR-Spektroskopie)
- Kennenlernen spektroskopischer Charakteristika, vor allem der Phononenspektren, von Festkörpern und ihres physikalischen und mineralogischen Informationsgehaltes
- Anwendung der spektroskopischen Information durch quantitative und qualitative Vergleiche mit Spektren astrophysikalischer Objekte

C) Literatur:

- /1/ E. Krügel, *The Physics of Dust*, IOP, 2004
- /2/ Th. Henning (ed.), *Astromineralogy*, Springer 2003
- /3/ H. Kuzmany, *Festkörperspektroskopie*, Springer 1990, Kap. 5,11
- /4/ W. Brügel, *Physik und Technik der Ultrarotstrahlung*, Hannover 1951; *Einführung in die Ultrarotspektroskopie*, Darmstadt 1969
- /5/ H. Günzler, H. Böck, *Infrarotspektroskopie*, VCH 1990
- /6/ B. Schrader, *Infrared and Raman Spectroscopy*, VCH 1995, Kap.2, 3
- /7/ F. Heide, *Kleine Meteoritenkunde*, Springer 1934

2. Aufgabenstellung

1. Messungen der IR-Absorptionsspektren von Mineralproben im Wellenlängenbereich 2-25 μm mit FTIR-Spektrometer Bruker 113v. Dazu: Separation verschiedener Korngrößen durch Sedimentation, Präparation von Presslingen aus KBr mit eingebetteter Probe.
2. Vergleich dieser Spektren mit astronomischen Spektren. Bestimmung der mineralogischen Eigenschaften von Staubpopulationen in protoplanetaren und Debris-Scheiben sowie Berechnung der Säulendichte interstellarer Staubpartikel.
3. Messung von Ramanspektren an Mineraloberflächen mit dem Raman-Mikroskop Dilor Labram 1. Vergleich dieser Spektren mit Messungen an einer Meteoritenprobe (Meteorit Allende, kohliges Chondrit). Vergleich der mineralogischen Zusammensetzung des Meteoriten mit der von Kometen und Scheiben junger Sterne.

3. Experimentelles

Geräte und Software:

- A) FTIR-Spektrometer Bruker 113v, Wellenlängenbereich 1 μm – 2mm, spektrale Auflösung 0.03 cm^{-1} (s. Bild)
- B) Präparationstechnik: Sedimentation, Analysenwaage, Presswerkzeug, Presse
- C) Raman-Mikroskop Dilor Labram 1 mit He-Ne-Laser-Anregung
- D) Programm IRSA zum Anfiten von astronomischen Spektren****?



Proben:

- E) Schnitt durch Meteorit Allende (kohliges Chondrit), und weitere ***
- F) Vergleichsproben: Silikat-, Oxid-, Sulfidminerale, Kohlenstoff-Proben als Pulver und polierte Schnittflächen

zum Vergleich:

- G) Vergleichsspektren von astronomischen Objekten (aufgenommen vorwiegend mit Infrared Space Observatory und Spitzer Space Telescope)

4. Hinweise zur Versuchsdurchführung und Auswertung

zu Aufgaben 1 und 2)

Ein großer Anteil des kosmischen Staubes besteht chemisch gesehen aus Silikaten, d.h. Verbindungen von Silizium, Sauerstoff, und anderen kosmisch häufigen Elementen wie Magnesium und Eisen. Silikate können sowohl geordnete (kristalline) als auch ungeordnete (amorphe, glasige) Festkörperstrukturen bilden. Diese können durch Umgebungseinflüsse (hohe Temperaturen, Bestrahlung) auch ineinander überführt werden. Daher erlaubt die Kenntnis der mineralogischen Struktur Rückschlüsse auf die Umgebung der Partikel, z.B. auch über die physikalischen Bedingungen im interstellaren Medium.

Die Festkörperstruktur der Silikate besteht aus SiO_4 -Tetraedern, die über die von den O-Atomen besetzten Ecken in einer oder mehreren Dimensionen miteinander vernetzt sein können. Bei kristallinen Silikaten unterscheidet man Inselsilikate (Olivine) mit isolierten Tetraedern, Kettensilikate (Pyroxene), Schichtsilikate, und die dreidimensional vernetzten SiO_2 -Modifikationen (Quarz, Cristobalit). Der Einbau von Metallionen („Netzwerkwandlern“) verringert den Vernetzungsgrad. Amorphe Silikate weisen gleichzeitig mehrere Vernetzungstypen auf, jedoch dominiert zumeist einer von Ihnen.

Die mineralogische Struktur von Festkörpern kann durch Analyse der Schwingungsspektren aufgeklärt werden. Bei Silikaten werden diese durch die Streck- und Deformationsschwingungen der SiO_4 -Tetraeder dominiert. In Infrarotabsorptions- und -emissionsspektren verursacht die Anregung dieser Schwingungsübergänge Banden bei Wellenlängen von ca. 8-12 bzw. 15-35 Mikrometern. Dabei weisen kristalline Silikate eine Vielzahl scharfer Banden in diesen Bereichen auf, während ungeordnete Silikate durch breite Banden charakterisiert sind, die man sich als durch Verbreiterung und Verschmelzung der kristallinen Schwingungsmoden entstanden vorstellen kann.

Versuchsdurchführung:

- A) Es sollen die Schwingungsspektren von verschiedenen Silikaten mit dem Fourier-Transform-Infrarotspektrometer gemessen werden. Dazu werden die am Versuchsplatz vorhandenen Proben jeweils im Verhältnis von 1:1000 mit ca. 300mg eines IR-transparenten Materials (KBr) gemischt. Hierzu steht eine Analysenwaage zur Verfügung. Von den Mischungen werden je 200mg in ein Presswerkzeug eingewogen und unter Vakuum und einer Belastung von 10t gepresst. Ein weiterer Pressling derselben Masse wird aus reinem KBr gepresst. Die Messung erfolgt als Messung des Transmissionsvermögens im Probenrad bei folgenden Einstellungen:

Quelle: Global,
Apertur: 5
Beamsplitter: KBr
Filter: Open
Detektor: DTGS

Die Parameter können mit Hilfe des Konfigurationsfiles „Prakt.XPM“ geladen werden. Weitere Anleitung zur Bedienung des FTIR-Spektrometers wird vom Praktikumsbetreuer gegeben.

- B) Aus den gemessenen Transmissionsspektren sind die Positionen sowie die Breiten auf halber Bandentiefe (FWHM) der Absorptionsbanden abzulesen und mit den Bandenpositionen und -breiten eines gegebenen Spektrums des galaktischen Zentrums zu vergleichen. Daraus ist soweit wie möglich die Art der kosmischen Silikatpartikel zu bestimmen und zu diskutieren.
- C) Aus dem experimentellen Spektrum, das die meiste Ähnlichkeit mit dem beobachteten Spektrum besitzt, ist der wellenlängenabhängige Massenabsorptionskoeffizient $\kappa(\lambda)$ des entsprechenden Materials zu berechnen. Dem kann folgende Beziehung zugrunde zu gelegt werden: $T = T_{\text{Silikat}}/T_{\text{KBr}} = \exp(-\kappa\sigma)$. Dabei ist die Säulendichte σ im Pressling durch den Quotienten von eingewogener Masse und Querschnittsfläche gegeben.
- D) Das Spektrum des galaktischen Zentrums (aus [1]) kann ebenfalls als ein Transmissionsspektrum mit der Lichtquelle Sgr A* betrachtet werden. Schätzen Sie mit Hilfe des experimentell ermittelten Massenabsorptionskoeffizienten und dem Transmissionswert im Absorptionsmaximum der Silikat-Streckschwingungsbande die Säulendichte der Silikatpartikel im diffusen interstellaren Medium ab. Welcher Anzahldichte n/V entspricht dies, wenn als mittlere Teilchengröße ein Durchmesser von 100nm angenommen wird?

Literatur:

[1] F. Kemper, W.J. Vriend, A.G.G.M. Tielens, „The absence of crystalline silicates in the diffuse interstellar medium“, *Astron. Astrophys.* 2004, im Druck

zu Aufgabe 3)

Raman-Spektroskopie ist ebenfalls eine spektroskopische Methode, mit der Schwingungsanregungen untersucht werden. Im Unterschied zur Infrarot-Absorptionsspektroskopie geschieht hier die Anregung jedoch über einen unelastischen Streuprozess von höherenergetischen Photonen (z.B. aus dem sichtbaren oder nahen infraroten Spektralbereich), bei dem ein Energieübertrag und damit eine Frequenzverschiebung des Photons stattfindet. Die Wahrscheinlichkeit hierfür ist recht gering, so dass intensive Lichtquellen und hochempfindliche Detektoren benötigt werden. Es entsteht ein Rot- („Stokes-“) und ein Blau („Anti-Stokes-“) verschobenes Ramanspektrum, in denen Schwingungsfrequenzen des Mediums als Maxima bei der entsprechenden Differenzfrequenz („Raman-Verschiebung“) erscheinen. Es ist zu beachten, dass entsprechend den Auswahlregeln häufig andere Schwingungsmoden ramanaktiv sind als infrarotaktiv. Insbesondere sind Schwingungen der Bindungen gleicher Atome meist ramanaktiv, wodurch z.B. kohlenstoffbasierte Stoffe (Diamant, Nanotubes) gut untersucht werden können (siehe auch Titelblatt).

Ramanspektrometer können heute sehr kompakt gebaut werden und für mineralogische Untersuchungen bei interplanetaren Missionen eingesetzt werden. Ein weiterer Vorteil ist,

dass Anregung und Detektion bei Feststoffen unter Mikroskopobjektiven durchgeführt werden können („Raman-Mikroskop“), woraus ein sehr kleiner Messfleck bzw. hohe Ortsauflösung resultieren. Ein Nachteil ist, dass Lumineszenz bei manchen Proben den Ramaneffekt überstrahlen kann, so dass diese schwer untersuchbar sind.

Versuchsdurchführung:

- A) Im Versuch sollen Meteoritenproben auf ihre mineralogische Zusammensetzung untersucht werden. Es stehen Schnitte durch verschiedenen Meteorite sowie geeignete Vergleichsproben zur Verfügung. Hierbei ist z.B. die unterschiedliche Zusammensetzung von Chondren, Matrix, und CAIs sowie die Zusammensetzungen bei verschiedenen Meteoritentypen (kohlige Chondrite, gewöhnliche Chondrite, Enstatit-Chondrite) herauszuarbeiten.
- B) Der Versuch wird mit dem Raman-Mikroskop DILOR Labram 1 durchgeführt. Dieses arbeitet mit einem HeNe-Laser zur Anregung, einem CCD-Detektor und zwei Gittern, von denen vorwiegend das höher auflösende zu benutzen ist. Das Mikroskop kann auf visuelle Beobachtung mittels Videokamera umgestellt werden, In diesem Mode können interessierende Probenstellen ausgewählt und das Mikroskop scharfgestellt werden, bevor auf Ramanmessung gestellt wird. Es stehen drei unterschiedliche Objektive mit verschiedenen Vergrößerungen und Aperturen zur Verfügung.
- C) Zunächst sollte mit Hilfe der Vergleichsproben ein Gefühl für die Charakteristika der Ramanspektren entwickelt werden, bevor die verschiedenen Meteoriten systematisch untersucht und Vergleichsspektren gezielt dokumentiert werden. Die Auswertung erfolgt im Wesentlichen qualitativ, allerdings sind wichtige Peakpositionen im Rahmen der Gerätegenauigkeit genau zu vermessen und Abweichungen gegebenenfalls zu diskutieren. Beachten Sie hierbei, dass die Stöchiometrie der Minerale Einfluss auf Schwingungsfrequenzen hat.
- D) Zur Dokumentation der Mineralidentifizierungen sind im Protokoll Meteoriten- und Vergleichsspektren in geeigneten Plots einander gegenüberzustellen. Die Spektren können hierzu auf einen anderen Rechner mit geeigneten Programmen (Origin) übertragen werden (wegen der alten Spektrometersoftware leider noch per Diskette).

5. Fragen zur Vorbereitung

- AV1:** Informieren Sie sich über die Bedeutung der Spektroskopie für die Astronomie! Welche Rolle spielt heute die Infrarotspektroskopie in der Astronomie, speziell für die Erforschung des interstellaren Mediums und von (proto-)planetaren Systemen?
- AV2:** Informieren Sie sich über die Grundlagen der Ramanspektroskopie! Wie lautet die Auswahlregel für ramanaktive Schwingungen?
- AV3:** Wiederholen Sie den grundsätzlichen Aufbau eines Gitterspektroskops bzw. Gitterspektrographen. Was sind dessen Kenngrößen?
- AV4:** Informieren Sie sich über das Prinzip des Fourier-Transform-Spektrometers!
- AV5:** Informieren Sie sich über die Unterschiede zwischen Kristallen, Gläsern und amorphen Stoffen. Wie können diese ineinander überführt werden?
- AV6:** Verschaffen Sie sich einen Überblick über die Klassen der Silikatminerale und ihre Strukturmerkmale, insbesondere die von Olivinen und Pyroxenen. Was ist Quarz?
- AV7:** Informieren sie sich über Meteorite und ihre Einteilung. Was sind Chondren und CAIs? Wieviel Kohlenstoff enthalten kohlige Chondrite und warum sind sie interessant? Was sind die petrographischen Klassen? Woher stammen Meteorite?