

Mössbauer-effektus

Utolsó módosítás: 2007. 03. 14. 19:26:23

1. Bevezetés

A visszalökődés nélküli magrezonancia-fluoreszcencia a lágy gammasugárzások tartományában az egyik legérzékenyebb anyagszerkezet-kutatási módszer. Segítségével 10^{-14} – 10^{-15} pontossággal tudunk relatív energia mérést megvalósítani, így kísérleti úton a természetes vonalszélesség alakját is kimérhetjük. Mivel a mag energianívóit környezeti hatások perturbálják (ez a magállapotok hiperfinom szerkezete), ezeket a hatásokat – ha közvetett módon is, de – észlelhetjük. Ilyenek pl. az elektromos és mágneses tér (külső és belső eredője az atommag helyén), az elektronehéjak jellegzetessége (tehát a kémiai kötések és ezek térbeli felépítése), hőmérséklet, gravitációs tér, stb.

1.1. Történelmi előzmények (atomi rezonancia)

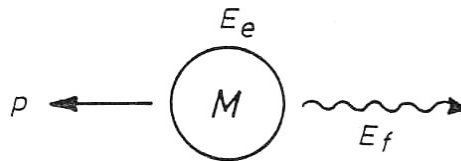
Talán legrégebben az optikai spektroszkópiában vált ismertté a rezonancia-abszorpció jelensége. Ha egy atom az E_2 energiájú gerjesztett szintről az E_1 szintre kerül ($E_2 > E_1$), fotont bocsát ki. A felszabaduló E_e ($E_e = E_2 - E_1$) energia két részre oszlik meg. Egyik részét elviszi a foton (E_f), a másik részét az impulzuszemlegmaradás miatt az atom veszi fel, mint mozgási (visszalökődési) energiát (E_v). (A megértést az 1. és a 2. ábrák segítik). Így:

$$E_e = E_f + E_v, \quad \text{vagyis:} \quad E_f = E_e - E_v$$

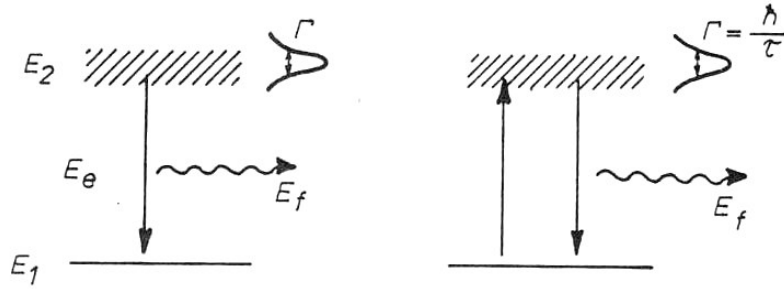
Mivel a foton impulzusa $p = \frac{E_e}{c}$, a visszalökődő atommag energiája $E_v = \frac{p^2}{2M}$, illetve $E_f \approx E_e$.

$$\text{Így:} \quad E_f = E_e - \frac{E_e^2}{2Mc^2} = E_e - R \quad (2)$$

A foton tehát E_e -nek a visszalökődési energiával (R) csökkentett hányadát viszi el.



1. ábra. Fotonemisszió és visszalökődés



2. ábra Rezonancia-abszorpció és szórás

Egy hasonló atom gerjesztéséhez viszont (az előbb említett impulzus-megmaradási törvény miatt) nem elegendő az E_e energia, hanem:

$$E_f' = E_e + \frac{E_e^2}{2Mc^2} = E_e + R$$

energia szükséges. Ha a vizsgált objektum átlagosan τ ideig gerjesztett állapotban van, akkor a nívóenergia félértékszélessége $\Gamma = \hbar / \tau$. A rezonancia akkor észlelhető jól, ha

$$2R < \Gamma$$

ahol tehát $R = E_e^2 / 2Mc^2$. Optikai spektroszkópiában, ahol $\Gamma \sim 10^{-6}$ eV és $R \sim 10^{-7}$ (10^{-8}) eV, a rezonancia jelensége mindig megmutatkozik (az atom visszalökődése csak kismértékű). Ilyen mérésekben a Γ természetes vonalszélességet csak ritkán tapasztaljuk: a vonalak ennél általában szélesebbek.

Az egyik jelenség, ami a Γ -t elkeni, a hőmérsékleti Doppler-kiszélesedés, melyet Δ -val jelölünk. A jelenség oka az, hogy a hőmozgás az atomoknak bizonyos v sebességet ad különféle (ϑ) véletlenszerű irányokba. Az energiaváltozás szögfüggését a következő összefüggés adja:

$$E' - E = E \frac{v}{c} \cos \vartheta$$

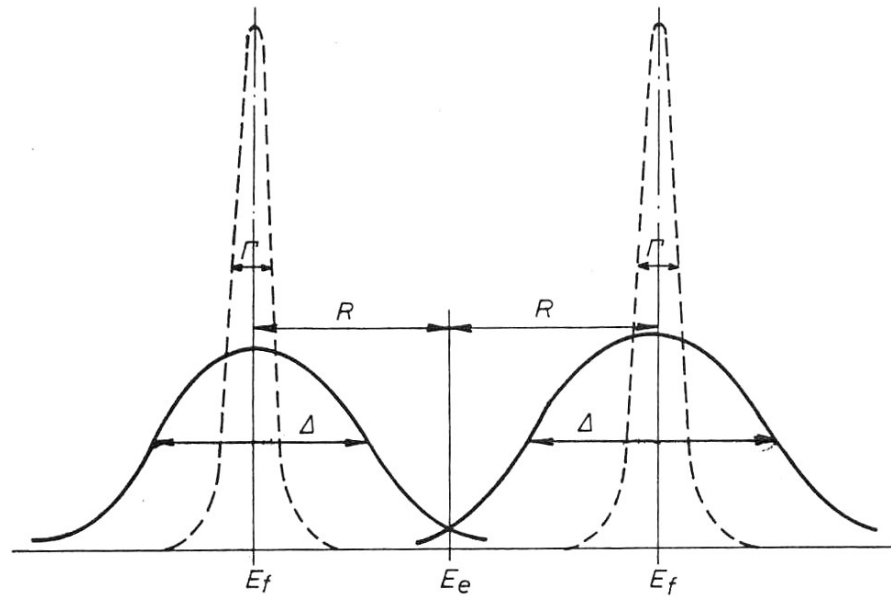
Kristályos anyagra a Doppler-kiszélesedés az alábbi:

$$\Delta = E \left(\frac{2kT_{eff}}{Mc^2} \right)^{1/2}$$

Itt:

$$T_{eff} = f(T/\theta)$$

ahol T az abszolút hőmérséklet és θ a kristály Debye-hőmérséklete. Δ jellemző értéktartománya 10^{-3} – 10^{-2} eV.

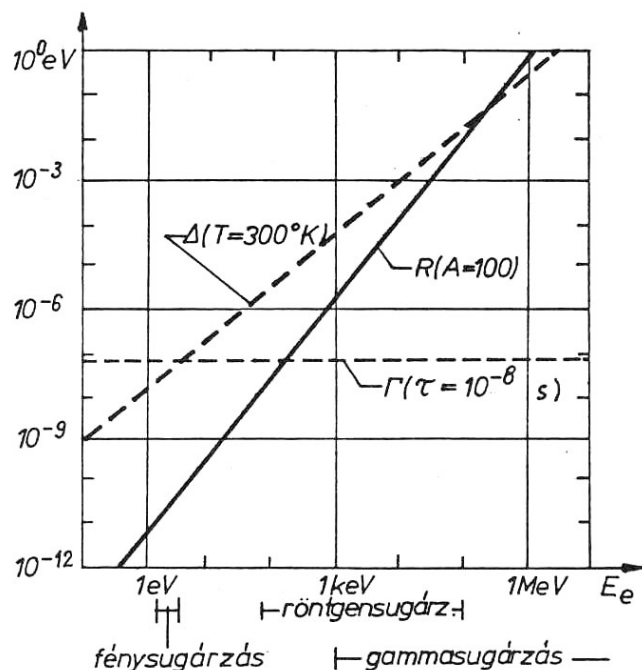


3. ábra Emittált energia és az abszorpciós energiaszükséglet természetes vonalszélesség és hőmérsékleti kiszélesedés esetében. (Az arányok erősen torzítottak).

2. Magrezonancia

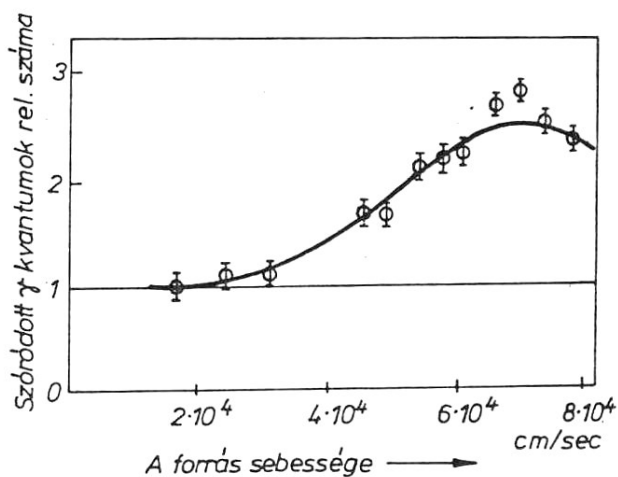
Magfizikában a rezonancia-fluoreszcencia jelenségét sokáig nem tudták kísérletileg kimutatni, mert itt az (5)-ben említett feltétel általában messzemenően nem érvényesül. Ennek oka, hogy a magnívók gerjesztési folyamataiban az R jóval nagyobb ($R \sim 10^2 - 10^3$ eV), mint az atomi nívóknál. Ezért ezekben az esetekben a 3. ábrán látható viszonyok alakulnak ki.

Az eddig megtárgyalt eseteket foglalja össze szemléletes módon a 4. ábra. Ebbe az ábrába berajoltunk olyan egyeneseket is, amelyek bizonyos átlagértéket képviselnek. ($A=100$, $T=10^{-8}$ s, és $T=300$ K). Az ábrázolt viszonyok jól mutatják, hogy az optikai tartományban miért van és a gamma tartományban miért nincsen rezonancia-fluoreszcencia.



4. ábra A rezonancia-fluoreszcencia feltételei az E_e függvényében
 (Az egyenesek a hőmérsékleti kiszélesedésnek és a visszalökődésnek megfelelő energiát
 és egy 10 ns élettartamhoz tartozó energiabizonytalanságot jeleznek.)

1951-ben P. B. Moon a ^{198}Hg izotóppal sikeres magrezonancia-abszorpciót hozott létre. Módszerének lényege az volt, hogy a hiányzó $2R$ energiát Doppler-effektussal (nagy sebességű mozgatás ultracentrifugával) pótolta. Megfelelő sebesség elérésekor az abszorpció erősen megnőtt. Kísérleti okokból a szórt fotonokat lehetett egyszerűbben mérni (5.ábra).



5. ábra P.B. Moon kísérletének eredménye

Malmfors ugyanebben az évben egy másik módszert alkalmazott: a hőmérséklet növelésével (növelve így a Δ -t) növelte azon fotonok számát, amelyeknek már elegendő az

energiája a rezonancia-abszorpcióhoz. Szemléletes képben (3.ábra) ugyanis a hőmérsékleti Doppler-effektus növekedésével az esetleges átlapolás mértéke megváltozik.

3. A Mössbauer-jelenség

R. L. Mössbauer 1958-ban szintén az előbb említett kísérletet végezte el az ^{191}Ir izotóp 129 keV-es vonalával (szobahőmérsékleten van egy kis átlapolás). Azt tapasztalta, ellentmondásban a várttal, hogy a hőmérséklet csökkentésével a rezonancia-abszorpció mértéke megnövekedett. Az észlelt jelenség oka az ún. Mössbauer-effektus, melynek lényege az, hogy a kristályban kötött magok csökkenő hőmérséklettel növekvő hányada képes természetes vonalszélességű és visszalökődésmentes abszorpcióra és emisszióra. Így létrejöhet a már említett rezonancia-fluoreszcencia.

3.1. Klasszikus magyarázat:

Adhatunk egy igen egyszerű magyarázatot erre a jelenségre. Ugyanis ha a (2) képletbe nem az éppen abszorbeáló vagy emittáló mag M tömegét írjuk, hanem az egész kristályt (úgy tekintjük, hogy a mag „szilárdan van rögzítve benne”), akkor látható, hogy R elhanyagolhatóvá válik és $E_f \approx E_e$ lesz. Természetesen ez a kép semmilyen magyarázatot nem ad arra, hogy a magoknak miért csak néhány százaléka nem lökődik vissza, és ugyanakkor természetes vonalszélességű is marad. Ezen kívül a hőmérsékletfüggés sem érthető meg annak segítségével.

3.2. Kvantummechanikai kép:

A kristályban kötött magok szabályos rács elrendezésűek és rezegnek egyensúlyi helyzetük körül. A rezgési frekvenciák eloszlását, a kristály rezgési spektrumát a kötések módja és jellege határozza meg. Szilárd testek rácsrezgéseit, (beleértve pl. egy atom meglökődését) oszcillátorok rendszerével helyettesíthetjük. Ismeretes, hogy egy ν frekvenciájú oszcillátor energiája $h\nu$, és ennek csak egész számú többszörösét (ún. fononokat) veheti fel vagy adhatja le az illető kristály. A rezgési spektrum felső határfrekvenciája ν_m , amivel a következő módon értelmezzük a θ karakterisztikus (vagy Debye) hőmérsékletet:

$$h\nu_m = k\theta$$

A fononspektrum jellegéből az következik, hogy a nagyobb frekvenciájú rezgési állapotoknak nagyobb a sűrűsége. (Az Einstein-féle fononspektrumban pl. csak egy ν frekvencia szerepel, ami éppen a ν_m). Viszont ha R kicsi, pl:

$$R < k\theta \tag{9}$$

akkor az Einstein-féle képben nem elég a fonongerjesztéshez. A valóságos fononspektrum esetében viszont csak annyit mondhatunk, hogy az átlagos energialeadás R , és ez a fonon gerjesztéséhez szintén nem elegendő. Emiatt lesznek olyan emissziós illetve abszorpciós folyamatok is, amelyeknél nem történik fonongerjesztés.

Kvantummechanikai számítással pontosabban követni tudjuk a fenti gondolatmenetet. Kvantum-elektrodinamikából tudjuk, hogy a fotonabszorpció valószínűsége (ha a foton impulzusa $\hbar k$):

$$W_Q \sim \left| e^{-ik \cdot \underline{x}_0} \langle \Psi_G(x) | e^{-ik \cdot \underline{x}} | \Psi_A(x) \rangle \right|^2 \quad (10)$$

ahol \underline{x}_0 a kristály egyensúlyi rácspontjának a helye és \underline{x} az atommag kimozdulásának nagysága az egyensúlyi helyzettől, Ψ_G a fononok gerjesztett és Ψ_A a fononok alapállapota. Ha felhasználjuk a kvantummechanika ismert azonosságait, a

$$\Psi(\underline{p} + \hbar \underline{k}) = e^{-ik \cdot \underline{x}} \Psi(\underline{p}) \quad \text{és} \quad \underline{x} = i\hbar \cdot \frac{d}{dp}$$

összefüggéseket, és a változatlan (nem gerjesztett) részt vizsgáljuk, akkor megkapjuk a gerjesztés nélküli abszorpció valószínűségét:

$$W_Q \sim \left| \langle \Psi_A(\underline{x}) | e^{-ik \cdot \underline{x}} | \Psi_A(x) \rangle \right|^2 = \left| \langle \Psi_A(\underline{p}) \Psi_A(\underline{p} + \hbar \underline{k}) \rangle \right|^2 \quad (11)$$

Mivel az impulzus bizonytalansága $\Delta p = \hbar/x$, a (11) akkor lesz 0-tól különböző, ha $\hbar k \ll \Delta p$, vagyis $k \cdot x \ll 1$. Más szavakkal: az effektus akkor válik észrevehetővé, ha kicsi a γ sugárzás energiája, mert így k is kicsi – valamint – ha T alacsony (θ -nál jóval alacsonyabb), mert akkor x is kicsi. Hasonló következtetésre juthatunk a (2) és (9) összevetéséből is.

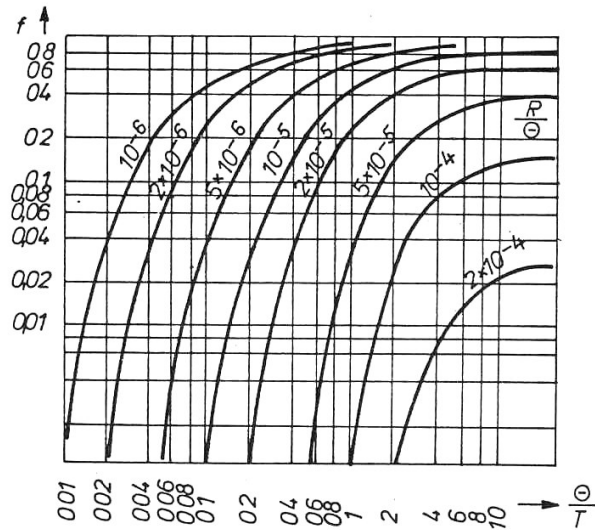
A (11)-es összefüggésből kiindulva egy egyszerű esetben (Einstein-féle fonon-spektrum és $T = 0 \text{ K}$ kezdőérték) megkapjuk a tényleges végeredményt is:

$$W_Q \sim \left(1 - \frac{1}{2} k^2 \langle x^2 \rangle_T \right)^2$$

(Itt az indexben lévő T azt jelenti, hogy az összefüggés nem csak $T = 0 \text{ K}$ hőmérsékletre igaz.)

Ebből az látszik, hogy a W_Q – vagyis a visszalökődés-mentes fotonabszorpció valószínűsége – akkor nagy, ha a $k^2 \langle x^2 \rangle$ szorzat értéke kicsi. Ezt kaptuk az előző általános eset vizsgálatánál is. Azoknál az atommagoknál, amelyeknél a Mössbauer-effektus fellép, a hőmérséklet nem okozhat kiszélesedést, hiszen nem történik semmiféle fonongerjesztés.

Az eredményeket a 6. ábrán foglaltuk össze. Vas esetében ($R \sim 10 - 12 \text{ eV}$, $\theta \sim 600 \text{ K}$) szobahőmérsékleten ($T = 300 \text{ K}$) látszik, hogy az effektus nagysága elérheti a 80 %-ot is.



6. ábra A Mössbauer-effektus nagyságának (f) függése a visszalökődési energiától (R), a hőmérséklettől (T) és a Debye-hőmérséklettől (θ) ^{57}Fe izotóp esetében. A görbék paramétere $R/k\theta$, $k=1$ egységekben.

4. A Mössbauer-spektrum jellemzői és információtartalma

A spektrum felvétele úgy történik, hogy a forrást az abszorbenshez képest mozgatjuk és a sebesség változtatásával mintegy végigpásztázzuk a bennünket érdeklő energiaskálát. Így két vonal, a forrás és az abszorbens eredőjét fogjuk megkapni. Ha nagyon vékony fóliákkal dolgozunk, akkor a félértékszélesség kb. 2Γ lesz (azaz a természetes vonalszélesség kétszerese, ugyanis a két rezonancia-jelenség Lorentz-görbékkel leírt amplitúdóinak konvolúciója újabb Lorentz-görbét eredményez kétszeres szélességgel. Gauss-görbékkel leírt vonal szélesség-növekedése $\sqrt{2}$ -szeres lenne).

4.1. A spektrum szerkezete

A Mössbauer-spektrumok felvételénél rendkívül nagy pontosságú relatív energiamezést végzünk. Ezért a spektrumban az energianívók egészen kis változásait is észrevehetjük. Így pl. felhasadást okoz a mag mágneses momentumának a mágneses térrel, a kvadrupólus momentumának az inhomogén elektromos térrel való kölcsönhatása. Eltolódást okoz a mag Coulomb-kölcsönhatása az elektronfelhőjével, az eltérő gravitációs tér és hőmérséklet, stb. Ha csak egy vonalat mértünk ki, akkor is alaposan meg kell vizsgálni a vonal alakját, mert lehetséges, hogy több igen közeli vagy egybeeső vonal eredőjét kapjuk.

4.2. A kapható információk

A Mössbauer-spektrummal az atommag helyén mérhetjük ki az atommag környezetének hatását a mag állapotára. Az információk értelmezésénél a fő problémát az jelenti, hogy ismerve a mag elektronfelhőjét és a kristályszerkezetet, ki tudjuk számolni a várható spektrumot, de a spektrumból általában nem tudjuk egyértelműen visszszámolni a ható tereket, ugyanis egy adott változást több különböző (vagy együttesen ható) tér is elő tud idézni. Ilyen esetekben mesterséges terekkel, nagy pontosságú kiegészítő mérésekkel, illetve modellek ellenőrzésével tehetjük egyértelművé az eredményeket. Az egyszerűbb vonalszerkezetek esetén vizsgálhatjuk a vonal eltolódását, illetve a vonal felhasadását.

4.2.1. Vonalt helyének megváltozása

a.) Izomér (kémiai) eltolódás:

A mag energiaszintjeit kissé módosítja a magnak az elektronfelhővel való elektrosztatikus kölcsönhatása. Két eltérő vegyületben vagy kristályszerkezetben, ahol az elektronfelhők kissé mások, az S elektronsűrűség is megváltozik a mag helyén, így ez a kölcsönhatás különböző. Ennek következtében a két vegyület Mössbauer-spektruma egymáshoz képest eltolódik. Az irodalomban található számolást mellőzve, az eltolódás értéke az alábbi módon adható meg:

$$\Delta E \approx Ze^2 \left(|\Psi_S(O)|_A^2 - |\Psi_S(O)|_F^2 \right) \left(\langle r^2 \rangle_G - \langle r^2 \rangle_A \right) \quad (13)$$

ahol Z a mag töltése elemi egységekben, e az elektron töltése, $\Psi_S(O)$ az elektron hullámfüggvényének értéke a mag helyén az abszorbensben illetve a forrásban, $\langle r^2 \rangle$ pedig a magsugárnégyzet átlagos értéke a gerjesztett illetve az alapállapotban.

A (13)-ból látható, hogy a mag helyén levő elektronsűrűségtől (S elektron) függ az energiaeltolódás (itt izomér eltolódás), ezt viszont a teljes elektronszerkezet határozza meg.

Így az utóbbira következtetni lehet. A fentiek magyarázatot adnak arra is, hogy miért lehetnek különbözőek az eltérő hordozóanyagú Mössbauer sugárforrások, bár az izotóp bennük azonos.

b.) Az elektronfelhővel való kölcsönhatás mellett izomér eltolódást okozhatnak egyéb hatások, például a gravitációs tér vagy a hőmérséklet (a kristályszerkezet változtatásával).

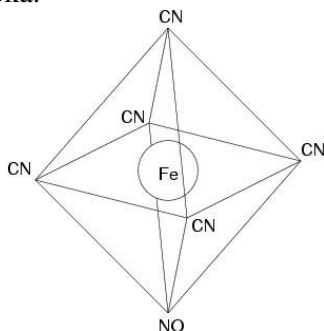
4.2.2. Vonalfelhasadás

a.) Kvadrupólus felhasadás:

Ha az atommag Q kvadrupól-nyomatékára $\frac{\partial^2 V}{\partial z^2}$ elektromos térgradiens hat (V az elektromos potenciál), akkor

$$\Delta E = \frac{eQ}{4I(2I-1)} \cdot \frac{\partial^2 V}{\partial z^2} [3m_l^2 - I(I+1)] \left(1 + \frac{\eta^2}{3}\right)^{1/2} \quad (14)$$

energiával tolódik el a magnívó. A kifejezésben I a magnívó spinje, m_l a mágneses kvantumszám, η az ún. asszimmetria-faktor, ami axiális szimmetria esetén 0. Az eltolódás különböző lehet az adott nívó különböző mágneses kvantumszámai esetén, tehát az addig degenerált vonalakat felhasíthatja. Érdekessége, hogy a $+m$ és $-m$ mágneses kvantumszámokat nem különbözteti meg egymástól. A $\frac{\partial^2 V}{\partial z^2}$ térgradienst elsősorban az elektronhéj gömbszimmetriától való eltérése határozza meg, ami ismét információt ad az elektronszerkezetről. Az alábbi ábra mutatja a gyakorlat során vizsgálandó Na-nitroprusszid minta Fe atommagot tartalmazó részének a térszerkezetét. Jól látható a Fe magot körülvevő elektronfelhő aszimmetriájának oka.

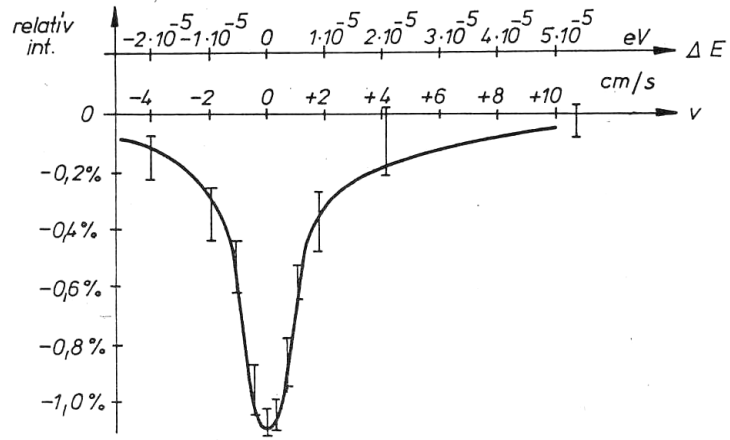


b.) Mágneses felhasadás:

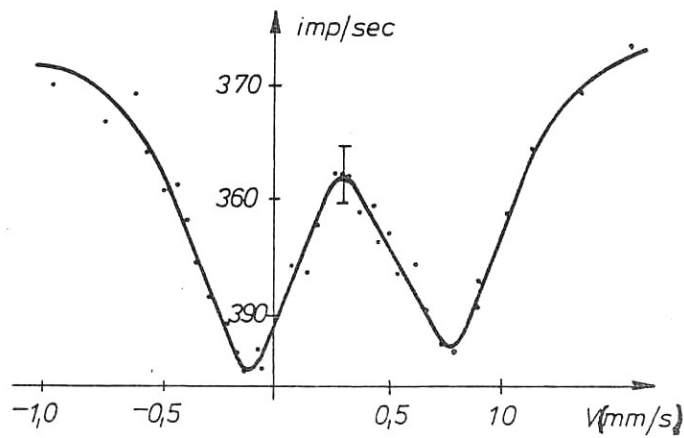
A mágneses tér energia-módosító hatása az alábbi:

$$\Delta E = g \cdot \mu \cdot H \cdot m_l \quad (15)$$

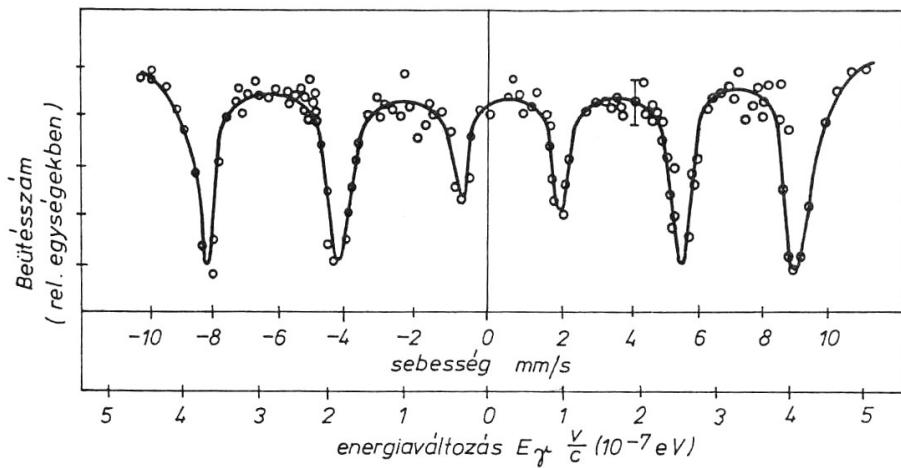
ahol g a giromágneses együttható, μ a magmagneton, H a mágneses térerősség a mag helyén, m_l az impulzusmomentum H irányú vetülete. A vas esetében kétszer három vonal jelenik meg a mágneses tér miatt. Ezekre az alapvető esetekre láthatunk példákat a 7. 8. és 9. ábrákon.



7. ábra Egyvonalas Mössbauer-spektrum (Izomér eltolódás ≈ 0). ^{191}Ir magon végrehajtott kísérlet.



8. ábra Kvadrupól felhasadt Mössbauer-spektrum. (^{57}Fe magon végrehajtott kísérlet)



9. ábra Mágnesesen felhasadt Mössbauer-spektrum. (^{57}Fe magon végrehajtott kísérlet)

4.2.3. A vonalak szélessége

A valódi Γ vonalszélesség (élettartam) precíz kiszámítása meglehetősen nehézkes. Ennek elkerülésére az alábbi, gyakorlatban jobban használható és elegendően pontos képletet célszerű alkalmazni (vékony fóliáknál – a mi esetünkben is – a másodrendű tag elhagyható):

$$\Gamma_{\text{mért}/\Gamma} = \frac{T_A + T_F + 8}{4} - \frac{(T_A + T_F)^2}{625} \quad (16)$$

ahol T_A és $T_F = f \cdot n \cdot a \cdot \sigma_0 \cdot t$ az abszorbens illetve a forrás effektív vastagsága, ahol

f : Mössbauer-faktor (effektus nagyság)

n : a magok számsűrűsége ($1/\text{cm}^3$)

a : a rezonancia-abszorpcióra képes izotópok részaránya

σ_0 : abszorpciós hatáskeresztmetszet a rezonancia-energián

t : tényleges vastagság (cm).

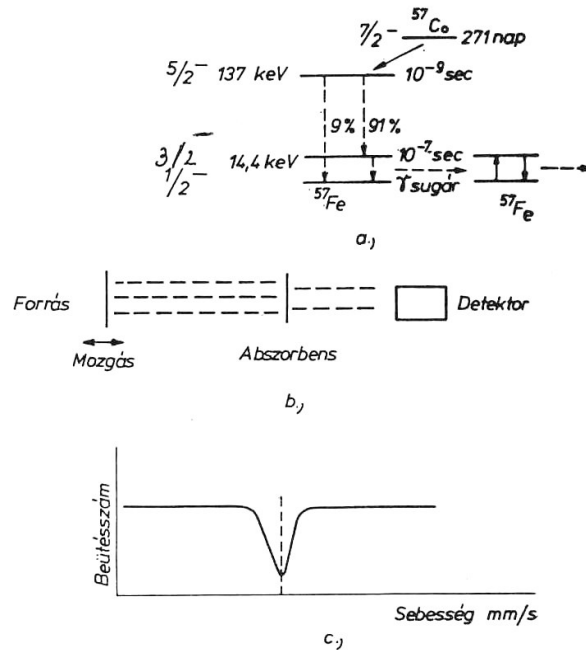
Az általunk használt ^{57}Co forrás effektív vastagsága 1,62. A minta energianívóinak felhasadása esetén a fenti képlet annyiban módosul, hogy T_A helyére $w_i T_A$ kerül, ahol $w_i < 1$ az adott (i -edik) vonal relatív intenzitása (az összes vonal relatív intenzitásainak összege egységnyi). Tehát vonalfelhasadás esetén a minta az egyes vonalak szempontjából „vékonyabbnak látszik”. A lágyvas hat vonalra hasadó spektrumában ezért a különböző intenzitású vonalak szélessége is különbözni fog. (Az intenzitásokat, illetve ezek relatív arányát a mérésből az abszorpciós csúcsok területének meghatározásával kaphatjuk meg, ez utóbbi az illesztéssel kapott amplitúdó és vonalszélesség szorzatával arányos.)

5. Mérés és mérőberendezés

A Mössbauer-spektrumot legcélszerűbben úgy vehetjük fel, ha olyan forrást mozgatunk a vizsgálandó abszorbenshez képest, amelyikben nincs felhasadás (7.ábra). Így a Doppler-effektus segítségével mintegy letapogatjuk annak vonalrendszerét. A kisugárzott foton energiájának megváltozása v sebességgel mozgatott sugárforrás esetén:

$$\Delta E = E_\gamma \frac{v}{c}$$

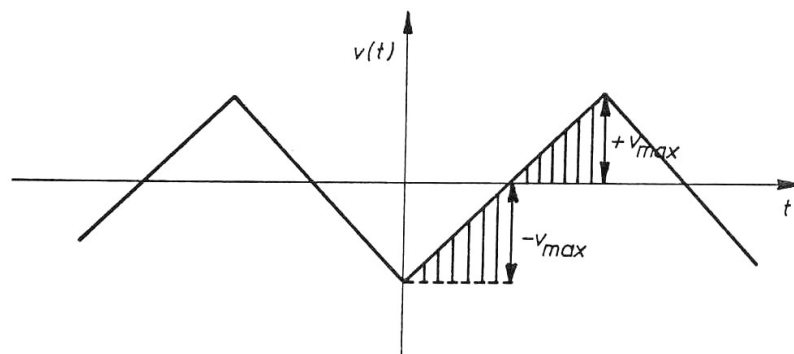
Elegendően sok különböző sebességértéknél, vagy folytonos sebességváltozás mellett detektált intenzitásváltozást regisztrálva megkapjuk magát a spektrumot. A Mössbauer-effektus feltételeit több atommag kielégíti (jelenleg 34 Mössbauer-magot ismernek - 4. irodalom, 105. oldal), de leginkább az ^{57}Fe és ^{119}Sn használatos: ezeknél a magoknál szobahőmérsékleten is jelentős az effektus. Az ^{57}Fe energiaszint-sémáját láthatjuk a 10. ábrán. A 14,4 keV-es, 3/2 spinű állapot pontos energianívója 14413 eV, élettartama 141,8 ns (felezési ideje 98,3 ns).



10. ábra Az ^{57}Co bomlás sémája és a mérés elvi vázlatja, a felezési idővel

A mérőberendezés alkalmas, arra, hogy a 271 nap felezési idejű ^{57}Co forrás elektronbefogással történő bomlásából származó gerjesztett ^{57}Fe atommag 14,4 keV-es (vagy a ^{119}Sn 26 keV-es) γ -vonala segítségével méréseket végezzünk a 0,05-15 mm/s sebességtartományban.

A forrást célszerű állandó gyorsulással mozgatnunk, a gyorsulás előjelét félperiódusonként változtatva. Ekkor minden periódus alatt a sebesség nullától egy általunk meghatározott pozitív és negatív maximális értékig változik (11.ábra). A pillanatnyi sebességekhez tartozó beütéseket külön kívánjuk gyűjteni, és ezt a beütésszámot ábrázolva a sebesség függvényében megkaphatjuk a Mössbauer-spektrumot. Ezt a fajta adatgyűjtést egy sokcsatornás analízátor képes elvégezni.



11. ábra Sebességváltozás a sokcsatornás analízátoros mérésnél
(A függőleges vonalak a sokcsatornás analízátor mintavételezésére utalnak)

A detektorból származó impulzusokat először amplitúdó, majd idő szerint szelektáljuk. Az amplitúdó szerinti szelekcióval elkülönítjük a Mössbauer-átmenethez tartozó jeleket a detektorban keletkező egyéb eredetű jelektől (a mozgatószerkezet, ólom-árnyékolás

és a forrás K_{α} jelei, valamint a forrás többi γ átmenete és az azokhoz tartozó másodlagos effektusok). Ezzel kiküszöböljük, hogy a rezonancia-abszorpciót biztosan nem okozó fotonok detektálásával rontsuk a mérés statisztikai szignifikanciáját (jel/zaj arányt).

A Mössbauer-átmenethez tartozó jelek kiválogatása után az idő szerinti osztályozást az analízator-kártya végzi. A mi berendezésünknel ez úgy történik, hogy egy számláló egy perióduson ($T=41$ ms) belül egyenlő időközönként ($40 \mu\text{sec}$) a tároló berendezés egymás után következő csatornáit kapuzza, összesen 1024 csatornát. Mivel azonban fél perióduson belül 11. ábra szerint az idő és a sebesség között lineáris kapcsolat van, az idő szerinti osztályozás egyúttal sebesség szerinti osztályozást is jelent:

$$v(t) = v_0 + a' \cdot t$$

Egy adott sebességhez egy perióduson belül két időpont is tartozik, ezért a spektrumvonalak szimmetrikusan, a maximális (vagy minimális) sebességhez tartozó időpontra tükröződve megduplázódnak. Az osztályozást egy startjel indítja, amely a háromszögjel megindulását is jelenti, majd az 1024 csatorna befejeztével az analízator ad egy jelet (szinkronjel) a háromszögjel befejezéséhez. Így biztosítható a mozgató és adatgyűjtés szigorú együttfutása.

Az állandó gyorsulás miatt az adott kis idő-intervallumon belül is változik a sebesség, ezért az abszorbens természetes vonalszélességénél néhányszor kisebbre kell választani egy csatorna sebességben kifejezett szélességét. Így elkerülhetjük az abszorpciós vonal elmosódását. Mivel a sugárforrásban levő anyagok Doppler-energiája arányos a sebességgel, teljesen általánosan írhatjuk, hogy

$$\Delta E \sim v \sim t \sim \text{csatornaszám}.$$

Tehát a mérés befejeztével a csatornában tárolt beütésszámokat a csatornaszám függvényében ábrázolva megkapjuk a vizsgált minta Mössbauer-spektrumát. Ez az ábrázolás a mérést végző, az analízator-kártyát is tartalmazó számítógép képernyőjén történik.

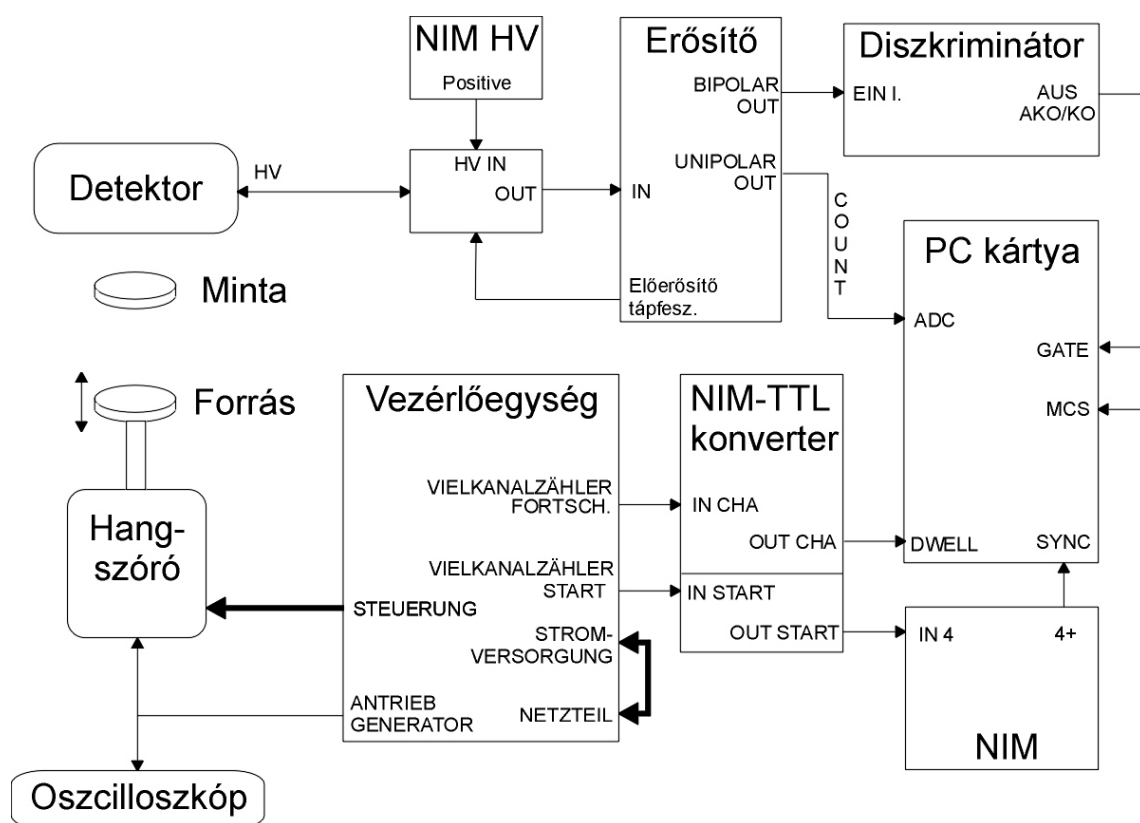
Tekintsük meg a berendezés blokkvázlatát az 12. ábrán és vizsgáljuk meg részletesebben a rendszer működését!

A mozgatóegység egy hangszóróból áll, mely egy rudat mozgat függőleges irányban, amelynek tetejére a sugárforrás is rögzítve van. A rúd egy rugalmas lemezhez van erősítve, mely gondoskodik arról, hogy vezérlés hiányában a rúd a nyugalmi helyzetébe térjen vissza. A meghajtó tekercsbe impulzust vezetünk. Egy másik (mintavevő) tekercs szolgál arra, hogy a rúd mozgását pontosan érzékelje. Az ebből jövő jelet összehasonlító (differenciál) erősítőre vezetjük, és az oszcilloszkópon is megjelenítjük. A másik bemenetre lineáris háromszög (referencia) jelet vezetünk. A különbségi jelet (a tulajdonképpeni hibajelet) igen nagy erősítés után a mozgató meghajtására használjuk. Ez egy ún. követő szabályozás, amely annál jobban közelíti a referenciajelet, minél nagyobb a szabályozó kör hurokerősítése, tehát a kívánt jellemzőtől való eltérést a nagy hurokerősítés minél jobban csökkenti. A periódus kezdetét jelző szinkronjelet a mozgatóegység szolgáltatja a PC-be épített analízator-kártya számára.

A fotonokat egy klasszikus gáztöltésű proporcionális számlálóval detektáljuk. A töltőgáz 1,5 atm nyomású $Xe+CO_2$ gázkeverék egy fémhengerben, melynek szimmetriatengelyében egy vékony, nagy pozitív feszültségre (+2700 V) kapcsolt drótszál van. A fotonok egy Be ablakon keresztül lépnek a hengerbe, majd a nemesgázban fotoeffektussal (esetleg Compton-effektussal) kölcsönhatnak, energiájukat átadva egy elektronnak. A fotoeffektus az energia növekedésével erősen csökkenő hatáskeresztmetszete miatt a detektor nem érzékeny a sokkal nagyobb energiájú fotonokra, míg a sokkal kisebb energiájúak már a mintán sem jutnak át. Ezért is kényelmes a 14,4 keV energiájú vonal használata (amellett hogy a Mössbauer-effektushoz is megfelelő). A minta alatti ólomkollimátorból származó röntgen vonalak és az elektronikus zaj adják a kisenergiás spektrum nagy részét.

A fenti módon meglökött elektron ionizálja a gázt, és az így szabaddá vált elektronok elindulnak a pozitív feszültségű szárlra. A nemesgáz-töltés biztosítja, hogy a szabad

elektronokat ne fogják be ezalatt a gázatomok. A szál közelében az elektromos térerősség a távolsággal fordítottan arányos, és egy adott távolságnál eléri azt az értéket, hogy a driftelő elektronok egy átlagos szabad úthossz alatt a további ionizációhoz szükséges energiára tehetnek szert, elektronlavinát okozva. Az elektronok a szára gyűlnek, és mennyiségük arányos az eredeti foton energiájával. Az ionizációs elektronok számának statisztikus fluktuációi miatt az energiafelbontás csak kb. 11%. A szálról az elektromos jel az előerősítőbe jut, majd egy spektroszkópiai erősítőbe, melynek kimenete egy diszkriminátorba jut, ahol beállítható az az energiatartomány, amelybe tartozó fotonokat a Mössbauer-spektrumhoz akarjuk felhasználni. Ezzel választjuk ki a 14,4 keV-es vonalat. A diszkriminátor kimenete a PC analízator kártya kapujelét szolgáltatja, amelynek időtartama alatt a kártya ADC (Analog-to-Digital Converter) egysége az erősítő unipoláris kimenő jelét integrálja, megállapítva ezzel a beérkező foton energiáját. Ez a funkció a diszkriminátor beállításához szükséges. A diszkriminátor kimenete másrészt jelzi a PC kártyának a foton beérkezésének pontos idejét, ami a Mössbauer-spektrum gyűjtéséhez szükséges.



12. ábra A mérési elrendezés logikai/kábelezési sémája

Megjegyzés:

A laboratóriumban ^{57}Co forrást használunk. A forrás biztonságos ólomburkolattal van leárnnyékolva, kivéve a felfelé szabadon hagyott kollimátor-ablakot. Tartsuk be az ALARA elvet, és a kollimátor-ablak fölé ne nyúljunk! A forrás aktivitása 2007. március 8-án 155 MBq volt. A forrás mozgatószerkezetét egy $T=41,2\pm 0,2$ ms periódusidejű fűrészfogjellel vezéreljük.

Irodalom:

1. Keszthelyi Lajos: Mössbauer effektus és alkalmazásai Magyar Fizikai Folyóirat 9, 289, (1961)
2. Rudolf L. Mössbauer: A visszalökés nélküli magrezonancia-abszorpció és jelentősége a nagy pontosságú méréseknél. Tudomány és Emberiség 331, (1963)
3. Korecz László: A Mössbauer effektus és alkalmazásai Fizika 1976. 71, (1976)
4. Burger Kálmán: A Mössbauer spektroszkópia alkalmazása a komplex kémiában. A kémia újabb eredményei, 9. kötet. Akadémiai Kiadó, Budapest, (1972)
5. Vértés Attila: Oldatszerkezeti vizsgálatok Mössbauer spektroszkópiával. A kémia újabb eredményei, 28. kötet. Akadémiai Kiadó, Budapest. (1975)
6. Marx György: Kvantumelektrodinamika Tankönyvkiadó, Budapest. (1976) 180-185. old.
7. Ambrus Lajos - Mag Pál: Elektronikus laboratóriumi mérések Tankönyvkiadó, Budapest. (1977) 165-170. old.

Mérési feladatok

1. Végezzük el a sebességspektrum hitelesítését a lágyvas minta alapján! (A két legtávolabbi csúcs távolsága: $\delta_6 - \delta_1 = 10,6162 \text{ mm/s}$).
2. Határozzuk meg a rozsdamentes acél és a $\text{Na}_2\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_5\text{NO}$ (Na-nitroprusszid) minta izomér eltolódásának értékét a lágyvashoz képest!
3. A lágyvas spektrumában mért vonalszélességeket felhasználva számítsuk ki a relatív vonalintenzitásokat, ennek segítségével a gerjesztett állapot élettartamát, annak mérési hibáját, és hasonlítsuk össze az irodalmi adattal (141,8 ns)! Az így kapott természetes vonalszélesség ismeretében határozzuk meg mindhárom minta effektív vastagságát (T_A), és ellenőrizzük a (16) képletben a másodrendű tag elhanyagolásának jogosságát! (A forrás effektív vastagsága 1,62.)
4. Határozzuk meg az elektromos térgradiens értékét a Na-nitroprusszid mintában! Az elektromos kvadrupól-momentum értéke az első gerjesztett állapotban $Q_{3/2} = 0,21 \text{ barn}$ ($\eta = 0$).
5. A mag Zeeman-felhasadására B mágneses indukciójú belső térben igaz, hogy:
$$\Delta E_m = -\frac{m}{I} \mu_1 B$$

Határozzuk meg a ^{57}Fe mágneses momentumát az első gerjesztett állapotban ($\mu_{3/2}$)! Mekkora a B értéke a lágyvas mintában? ($\mu_{1/2} = +0,090604 \mu_N$, ahol $\mu_N = 3,15238 \cdot 10^{-11} \text{ keV/T}$ a mag-magneton). Felhasználhatjuk, hogy az egyes alnívók közötti átmenetek intenzitás-arányaira polikristályos anyag esetében az alábbi érvényes:

$$I_{\pm\frac{3}{2} \leftarrow \pm\frac{1}{2}} : I_{\pm\frac{1}{2} \leftarrow \pm\frac{1}{2}} : I_{\pm\frac{1}{2} \leftarrow \mp\frac{1}{2}} = 3 : 2 : 1.$$

(Ezek az arányok csoportelméleti eredetűek: a $3/2$ spinű állapot egy 1-es spinű fotonra és egy $1/2$ spinű alapállapotra bomlik. A fenti arányok a Clebsch-Gordan együtthatók segítségével kifejezett átmeneti valószínűségek kiszámításával könnyen ellenőrizhetők.)

6. A 4. feladatban kapott elektromos térgradiens értékét hasonlítsuk össze a hidrogénatom Bohr-modelljében az alapállapotú Bohr-pályán keringő elektron által a proton helyén létrehozott elektromos tér gradiensének értékével!
7. Az 5. feladatban kapott mágneses térerősséget hasonlítsuk össze a hidrogénatom Bohr-modelljében az alapállapotú Bohr-pályán keringő elektron által a proton helyén létrehozott mágneses térrel!
8. Állapítsuk meg a periodikusan mozgatott forrás legnagyobb kitérésének mértékét! Feltéve, hogy a forrás és a minta 1 cm távolságban van, hány % távolság-ingadozást jelent ez?
9. Tervezzünk mérés-összeállítást, amely alkalmas lenne a gravitációs vöröseltolódás mérésére! (Milyen magasra kellene tenni a forrást az abszorbenshez képest, milyen erős forrást kell használni, milyen mérési idő mellett, hogy a hatás mérhető legyen?)

Ellenőrző kérdések

1. Mi a Mössbauer-effektus?
2. Miért éppen ^{57}Co forrást használunk a kísérletben?
3. Miért jut ki általában nagy valószínűséggel a gamma sugárzás egy radioaktív (γ -bomló) anyagot tartalmazó testből, azaz miért nem nyelődik el ismét?
4. Hogyan módosítható a test fizikai állapota, hogy az ismételt elnyelődés nagyobb valószínűséggel következzen be?
5. Milyen effektus révén és hány alnívóra hasad fel a ^{57}Fe izotóp $1/2$ spinű alap és $3/2$ spinű gerjesztett állapota homogén külső mágneses térben?
6. Milyen fizikai adottságok teszik a Mössbauer-spektroszkópiát alkalmassá nagy pontosságú anyagösszetétel-meghatározó eljárássá?
7. A ^{57}Fe izotóp $3/2$ spinű alap és $1/2$ spinű gerjesztett állapota között hány megengedett átmenet van és miért?
8. A mérés során hogyan változik a mozgatott minta gyorsulása, sebessége, kitérése az időben?
9. Milyen az elektromos kvadrupólmomentum mértékegysége?
10. Mi okozza a kvadrupól-felhasadást?
11. Mi okozza az izomér-eltolódást?
12. Hány részre szakad fel a 14,4 keV-es gerjesztett állapota a ^{57}Fe magnak, ha homogén elektromos térbe helyezzük?
13. Hány részre szakad fel a $3/2$ spinű 14,4 keV-es gerjesztett állapota a ^{57}Fe magnak, ha homogén mágneses térbe helyezzük?
14. Milyen polaritású nagyfeszültséget kapcsolunk a detektorra és miért?
15. Hogyan működik a fotonok detektálására használt eszközünk?
16. Milyen függvény szerint változik a minta sebessége az időben? Lehetne-e másfajta függvény választani? Mi történne?
17. Érzékeny-e a detektorunk az ^{57}Fe 137 keV-es vonalára, és miért?
18. Mekkora a detektor energiafelbontása és mi limitálja?
19. Mi a szerepe a diszkriminátornak a mérésben, miért szükséges használni?

20. Hogyan határozhatjuk meg a $3/2$ spinű nívó élettartamát a mérésünk során?
21. Hogyan változna a Mössbauer-effektust mutató magok száma, ha a mintát lehűtenénk illetve ha felmelegítenénk?
22. Mi teszi lehetővé, hogy a fotonok energiáját 10^{-13} pontossággal változtassuk?
23. Miért alkalmaznak olykor sztatikus, külső mágneses és elektromos tereket a Mössbauer-spektrum felvételénél?
24. A foton milyen kölcsönhatásokba tud lépni a detektor anyagával, és ezek közül melyik történik a mérésünkben a legnagyobb valószínűséggel?
25. Milyen bomlással bomlik a ^{57}Co forrás ^{57}Fe -re, és eközben összesen hány részecske keletkezik? (Készítsünk rajzot!)

A berendezés használata és a mérések végrehajtása

A berendezés bekapcsolása

A mérőberendezés bekapcsolását a mérőcsoport a laborvezető felügyelete mellett végzi. Ellenőrizzük, hogy a berendezés kábelezése megfelelően csatlakoztatva van-e! Kapcsoljuk be az oszcilloszkópot, a mozgató-mechanizmus elektronikus részének főkapcsolóját (*netz*), majd a gamma-detektor elektronikus részének főkapcsolóját (a jobb szélső NIM egységen)! Az oszcilloszkópon meg kell jelennie egy fűrészfog alakú jelnek, a forrás sebesség-idő függvényének megfelelően. Ezután ellenőrizzük, hogy a nagyfeszültség 0-ra van-e állítva, majd kapcsoljuk be az egységet! A nagyfeszültséget **lassan**, minden lépés után 3-5 másodpercet várva, kapcsoljuk **2700V** feszültségre! Ezt a nagyobb, 500V-os lépésekkel kezdjük, a végére hagyva az utolsó két 100V-os lépést! Helyes működés esetén a jelerősítőn levő piros LED enyhén világítani kezd, mutatva, hogy a detektor gamma-impulzusokat érzékel. Kapcsoljuk be a nyomtatót és a számítógépet, melyen automatikusan elindul a mérőprogram.

A diszkriminátor beállítása

A mérőprogramban esetleg megjelenő spektrumot töröljük ki (**Ctrl-F2**), állítsuk a programot (**PHA**) módba (**Alt-m**), majd indítsuk el a mérést (**F1**)! A program elkezd gyűjteni a spektrumot, melyen néhány másodperc múlva látható a csúcsokból álló szerkezet. Mössbauer-effektust a 14,4 keV-es csúcs ad, a többi gamma-foton csak a háttérrel növeli, azaz rontja a mérés szignifikanciáját (az abszorpciós vonalak adott minőségű méréséhez szükséges időt növeli). A diszkriminátor csak akkor ad jelet a számítógépnek, ha a Mössbauer-vonalnak megfelelő energiájú gamma-foton érkezik a detektorba. A diszkriminálás alsó és felső határát tehát úgy kell beállítani, hogy a Mössbauer-vonaltól a legtöbb, a háttérből a legkevesebb beütést fogadja el. A diszkriminálás alsó szintjét (**E**) és az elfogadott intervallum szélességét (**ΔE**) változtatva követhetjük a spektrumon a diszkrimináció helyét: a spektrum gyarapodása láthatóan megáll abban a tartományban, ahol a diszkriminátor jele letiltja az analóg jelet. Érdekes a végső beállítás előtt kísérletezni a diszkriminátorral: a diszkrimináció felső határa nem teljesen éles, aminek oka, hogy az egység a gyors működés érdekében pontatlanabban dolgozik. A 14,4 keV-es vonalat segít felismerni, hogy a minták mellett található két fólia közül a vékonyabb átengedi a 14,4 keV-es vonalat, de a kisebb energiájú fotonokat nem, míg a vastagabb azt sem engedi át.

A minta behelyezése és a spektrum felvétele

Miután a diszkriminátorral kiválasztottuk a 14,4 keV-es vonalat, állítsuk a mérőprogramot Mössbauer-analizáló (**MCS**) üzemmódba (**Alt-m**)! Helyezzük be elsőként a rozsdamentes acél mintát, majd indítsuk el a mérést (**F1**)! Körülbelül egy perc után már tisztán látszik két abszorpciós vonal a spektrumban. A megfelelő minőségű, tisztán látható spektrum elérése után mentsük el az adatsort (**f**), helyezzük be a következő, Na-nitroprusszid mintát, indítsuk el a mérést, majd a mérést folyamatban hagyva lépünk ki a mérőprogramból! Az új minta mérése közben értékeljük ki az előző mintához tartozó spektrumot!

A mérőprogram használata

A mérőprogrammal vehetjük fel a Mössbauer spektrumot, illetve a gamma-energia spektrumot, mely utóbbi a mérés beállításához szükséges. Indításkor általában a programban nem kell beállítani semmit, a kiválasztott parancsok csak adatfelvételre és a mért adatok mentésére szolgálnak. A program a háttérben futtatható, így az adatgyűjtés folyhat az előző mérés egy másik programmal történő kiértékelése közben is.

A mérőprogram üzemmódjai

A mérőprogram kétféle mérési módban használható: a detektált fotonok energiaspektrumának illetve a Mössbauer-spektrum mérésére. A két mód között az **Alt-m** (*Mode*), menüpont (*PHA*) illetve (*MCS*) alpontjainak kiválasztásával lehet váltani. (*MCS*) módba váltáskor a mérési időtartományt (*Dwell*) illetve a mérendő periódusok számát (*Passes*) nem kell megváltoztatni (beállított értékük „EXTERNAL” illetve „0” kell, hogy legyen), hanem az **Esc** megnyomásával vissza kell lépni a programba.

Indítás, leállítás, törlés

A mérés indítása az **F1** (*Start*) gombbal történik, a megállítás szintén az **F1** (*Stop*) gombbal. A képernyőn megjelenő aktuális, megállított spektrum a **Ctrl-F2**-vel törölhető. **F2** megnyomására a (*Clear*) menüpont pirosra vált, ilyenkor nem lehet törölni a spektrumot. Az **F2** újbóli megnyomásával ez az állapot kikapcsolható. A letörölt, nem mentett spektrum vissza nem állítható módon elveszett.

A függőleges skála beállítása

Mérés közben az **Up** és **Down** billentyűkkel kiválaszthatjuk a függőleges skálát, majd **Enter** megnyomására a skála valóban megváltozik.

A mért spektrum mentése

A képernyőn megjelenő spektrumot az **f** megnyomásával, a (*File*) menüpontból a (*Ascii File Save*) választásával menthetjük egy *.asc* kiterjesztésű file-ba. A file neve utaljon az adott minta fajtájára (LV, NP vagy AC) illetve a mérés dátumára (ÉÉÉÉHHNN formátumban)!

Kilépés, visszalépés

A programból, azt a háttérben futva hagyva az **Alt-q** gombbal (*Quit*) léphetünk ki: itt válasszuk a (*Make PCA resident*) menüpontot. Ekkor, mialatt a kiértékelést végezzük, a spektrum mérése folyamatos marad. A kiértékelés befejezésekor a programba a DOS-promptból az **"exit"** begépelésével léphetünk vissza.

A mért adatsor konvertálása

A mért adatsort a kiértékeléshez konvertálnunk kell. A mérőprogramból való kilépés után indítsuk el a Norton Commandert (az **"nc"** parancs begépelésével)! Keressük meg a mentett *.asc* kiterjesztésű adatfile-t, majd nyomjunk **Entert**-t! Néhány másodperces futás után

a konvertált file elkészül, *.mms* kiterjesztéssel. Végül pedig lépünk ki a Norton Commanderből *F10*-zel!

A kiértékelőprogram használata

A kiértékelőprogrammal az előzőekben felvett adatsor kiértékelése végezhető, azaz meghatározható a Mössbauer-vonalak helye, erőssége, szélessége. A program mindig (negatív amplitúdójú) Lorentz-görbék összegét illeszti konstans háttérrel. A kiértékelés első lépése a mért spektrum "összehajtása" a spektrum szimmetriapontjában. Az összehajtási hely pontos meghatározásához már egy-egy illesztést kell végezni, ez indokolja a végzendő feladatokat alábbi sorrendjét.

A kiértékelőprogram indítása

A program indításához lépünk az *C:\MMS* könyvtárba, majd a Norton Commanderből való kilépés után indítsuk el az *mms5i.exe* programot! A program menüpontjai között általában az *Up*, *Down* gombokkal navigálhatunk, és az adott pontot az *Enter*-rel választhatjuk ki. A főmenübe az *Esc* gomb megnyomásával juthatunk vissza.

A spektrum beolvasása és ábrázolása

A file mozgatásával kapcsolatos műveletek a (*TRANSFER MENU*)-ből érhetőek el. Itt válasszuk a (*SPECTRUM from FILE*) pontot, és keressük meg az *.mms* kiterjesztésű adatsort! A file kiválasztása és a főmenübe való visszatérés (*Esc*) után ábrázoltassuk a spektrumot (*EDITOR MENU* → *DISPLAY SPECTRUM*). A kurzort a *Left* és *Right* gombokkal (nagyobb lépésekben a *Ctrl* lenyomásával együtt) mozgathatjuk, amivel az adott hely csatornaszáma és az ott levő beütések száma leolvasható. Összehajtás előtt a rozsdamentes acél mintánál két abszorpciós csúcs látható. Ezek helyét és amplitúdóját, illetve a háttér értékét olvassuk le a kurzorral (ezek az illesztés kezdőértékének megadásához kelleneek)!

Az illesztendő függvény megadása

Az illesztéssel kapcsolatos műveletek a (*FIT MENU*) -ből érhetőek el (a visszalépés az ábrázolt spektrumból az *Esc*-pel történik). Első lépés az illesztendő függvény megadása: az ennek megfelelő paraméter-filet a (*T-MX from FILE*) menüpont alatt választhatjuk ki. Válasszuk a T111111.MAT filet, ami egyetlen (azaz szinglet) Lorentz-görbét ír le!

Az illesztési paraméterek kezdőértékének megadása

Lépünk az (*INPUT/DISPLAY PARAMS*) menübe, ahol az illesztés alábbi kezdőértékeit adjuk meg:

Baseline: a konstans háttér értéke.

Amplitude: az abszorpciós görbe amplitúdója, pozitív érték.

Isomer shift: a Lorentz-görbe helye, csatornaszámban megadva.

Line width: a Lorentz-görbe féllértékszélessége.

Adjuk meg ezeknek az imént leolvasott értékét az egyik (illetve az illesztés végeztével a másik) abszorpciós vonalra!

Illesztés

Az illesztés a (*START FIT*) menüpont alatt indul. Az illesztés iteratív lépései alatt láthatjuk az egyes változók értékeit, ezáltal ellenőrizve a konvergenciát. A program minden lépésben felteszi a “Stop fit?” kérdést, amire az *N* megnyomásával folytatjuk az illesztést. Miután az illesztés konvergált, a program automatikusan kilép az illesztő menüből. A paraméterek illesztett értékét az (*INPUT/DISPLAY PARAMS*) menüpont alatt nézhetjük meg; a vonal helyét (Isomer shift) **jegyezzük fel!** Végezzük el az illesztést mindkét abszorpciós csúcsra (újrakezdve a lépéseket a paraméterek megadásától)!

A spektrum összehajtása

A spektrum összehajtását az (*EDITOR MENU*) alatti (*FOLD SPECTRUM*) menüpontban végezhetjük el. Az összehajtás helye az imént illesztett két csúcs helyének átlagához legközelebbi egész vagy félegész érték legyen. Az összehajtás helyét mindenképpen **jegyezzük fel:** a továbbiakban **minden illesztésre ugyanett** az összehajtási helyet kell használnunk. A program kérésre javasol egy összehajtási helyet, de ne fogadjuk el, hanem adjuk meg a fent meghatározott pontos értéket.

Ábrázoljuk az összehajtott spektrumot (*DISPLAY SPECTRUM*)! Előfordulhat, hogy az első egy-két pont alacsonyan, a háttér értékének nagyjából a felénél van, aminek oka, hogy az összehajtás nem pontosan az adatsor közepén van, a program pedig a kilógó adatpontokra nem korrigál. Ezen pontok értékét változtassuk meg: állítsuk egyenként ezekre a kurzort, majd az *E* gomb (*Edit*) megnyomása után írjunk be egy, a háttérhez közeli értéket. Ezzel megelőzzük, hogy a helytelen értéket kapott pontok elrontsák az illesztést.

A rozsdamentes acél minta illesztése

A fentiek után az adatsor kész a valódi illesztésre. A rozsdamentes acél mintánál egyetlen abszorpciós csúcs látszik, ezt illesszük a fent már említett T111111.MAT file kiválasztásával. Ehhez ábrázoljuk a spektrumot, becsüljük meg az illesztés kezdőértékeit, stb.

A (*DISPLAY SPECTRUM/FIT*) menüpont alatt megnézhetjük a spektrumra illesztett görbét. Ezen első pillantásra látszik, hogy megfelelő-e, és nem esetleg teljesen téves (a program nagyon rosszul megadott kezdőértékek esetén nem a megfelelő csúcsokat illeszti meg).

Az illesztett paraméterek kinyomtatása

Ellenőrizzük, hogy a számítógéphez kötött mátrixnyomtató be van-e kapcsolva, van-e benne papír és az megfelelően helyezkedik-e el a nyomtatóba való behúzáshoz. Az illesztés után nyomtassuk ki a paramétereket a (*PRINT PARAMS*) menüpont alatt!

A nátrium-nitroprusszid minta illesztése

A nátrium-nitroprusszid minta spektrumát beolvasás és összehajtás (ugyanott, ahol az előbb) után egy dublettel illesszük: ennek paraméter-fileja a T21211.MAT! Egy dublet két vonalból áll, melyek amplitúdója és szélessége megegyezik. Ezt négy paraméter határozza meg: a vonalszélesség (*Line width*), az amplitúdó (*Amplitude*), a vonalpár átlagos helye

(*Isomer shift*) és a két vonal egymástól való távolsága (*Quadrupole splitting*). Az illesztést végezzük az előző mintákkal analóg módon, majd nyomtassuk ki az illesztett paramétereket!

A lágyvas minta illesztése

A lágyvas mintához tartozó spektrumnál is a beolvasás után rögtön az összehajítás következik, ugyanazon a helyen, ahol ezt a fenti két mintánál tettük. Hasonlóan korrigálандók a “kilógó” pontok is. Az illesztéshez a T63631.MAT nevű file-t kell használni, mely három dubletet tartalmaz. Könnyen látható, hogy a lágyvas minta hat vonalát hogyan kell három dubletbe rendezni. Az ábrázolt spektrumról leolvasva becsüljük meg, majd adjuk meg az alábbi paramétereket:

Baseline: háttér értéke

Amplitude 1: az első vonalpár amplitúdója

Amplitude 2: a második vonalpár amplitúdója

Amplitude 3: a harmadik vonalpár amplitúdója

Isomer shift 1: az első vonalpár átlagos helye

Isomer shift 2: a második vonalpár átlagos helye

Isomer shift 3: a harmadik vonalpár átlagos helye

Quadrupole splitting 1: az első vonalpár felhasadása (a két vonal egymástól való távolsága)

Quadrupole splitting 2: a második vonalpár felhasadása

Quadrupole splitting 3: a harmadik vonalpár felhasadása

Line width 1: az első vonalpár vonalszélessége

Line width 2: a második vonalpár vonalszélessége

Line width 3: a harmadik vonalpár vonalszélessége

Végezzük el az illesztést, majd nyomtassuk ki a paramétereket!

Az illesztéshez használt mátrixok elnevezési konvenciója

Az illesztéshez használt mátrixok aszerint vannak elnevezve, hogy hány csúcsból áll a spektrum, amit illeszteni szeretnénk, illetve hányféle amplitúdó és vonalszélesség szerepel bennük (pl. T63631.MAT). A file nevében szereplő első számjegy a vonalak számát, a második az egymástól különböző amplitúdók számát, a harmadik az egymástól függetlenül illesztett csúcshelyek számát, a negyedik a különböző vonalszélességek számát adja meg.