Korszerű mérési módszerek laboratórium

Mössbauer spektroszkópia

Mérési jegyzőkönyv

Rudolf Ádám

Fizika BSc., Fizikus szakirány

Mérőtársak: Kozics György, Májer Imre

Mérésvezető: Veres Gábor

Mérés időpontja: 2011. május 3.

Leadás időpontja: 2011. május 26. (eredeti)

Leadás időpontja: 2011. május 30. (javított)

Bevezetés, mérés lefolyása

A laborgyakorlat során csapatunk a Mössbauer-spektroszkópiával ismerkedett meg, ami egy hatékony anyagvizsgálati módszer. Atommagok nívók közötti átmenete során kibocsájtott fotonokat vizsgáltuk. Az elmélet megtalálható a mérésleírásban, a felhsznált részleteket mindig közlöm a megfelelő helyen.

Mérési összeállítás

Forrásnak ^{57}Co-et használtunk, ami elektronbefogással Fe atommá bomlik, ami egy nagyenergiás bomlás után 3/2 spinűről 1/2 spinűre bomlik, közben 14,4 keV energiájú fotont bocsájt ki. Számunkra ez lesz az érdekes átmenet, ezt az energiá fogjuk vizsgálni. A forrást egy hangszóró segítségével úgy mozgatjuk, hogy a forrás sebessége szakaszonként lineárisan, egy fűrészfog-jel szerint változzon, így a Doppler-effektuss miatt a sugárzás energiája is így, időben lineárisan változik.

A sugárzást egy proporcionális kamrával detektáljuk, aminek jelét egy erősítőn keresztül számítógépbe vezetjük. Az energia szerinti osztályozást egy sokcsatornás analizátor végzi. Könnyű a csatornák osztályozása, hiszen a mozgatás miatt az energia arányos az idővel. Az energiakalibráció elvégzése a mérési feladataink között volt.

Az összeállítás része volt egy diszkriminátor is, ami kiválasztja a 14,4 keV-es fotonokat. Ennek beállítását is mi végeztük el, kiszűrve ezzel a zajt és a hátteret (pl. a nagyon jól beazonosítható Compton-hátat).

A mérés során háromféle, különböző vastartalmú mintát tettünk a sugárzás útjába: lágyvas, acél, nátrium-nitroprusszid. Ezeknek felvettük a spektrumát, amire Lorentz-görbéket illesztettünk. A kinyomtatott adatlapot Májer Imre adta be, takarékossági okokból nem ajda be mindenki ugyanazt. Az adatokat természetesen a megfelelő helyen közlöm.

1. Spektrum kalibrálása

A mért adatainkat csak a csatornaszám ismeretében ismerjük. A kalibrációhoz a lágyvast használtuk. A mágneses tér miatti felhasadások révén hat csúcsot láttunk a lágyvas mintában, a két legtávolabbi csúcs pedig Δv = 10,6162 m/s sebességkülönbséggel jelenik meg. A lágyvas minta mérési adatai az *1. táblázatban* taláhatók (Magyarázat: Alapvonal: erre ülnek rá a Lorentz-görbék. Amplitúdók és line width (vonalszélesség) értelemszerűen, Q splitting a csúcsok távolsága, Isomer shift pedig a helyük. A hat csúcsból középről kifelé haladva páronként kettő-kettő mindig ugyanaz (a szimmetrikus sebességek miatt), ezért valójában csak három csúcsunk van.)

Paraméter	Érték	Hiba
Alapvonal	2863,3	2,7
Amplitude1	563	11
Amplitude2	499	12
Amplitude3	335	14
Isomer shift1	252,75	0,12
Isomer shift2	252,21	0,13
Isomer shift3	252,98	0,18
Q. splitting1	362,16	0,24
Q. splitting2	211,9	0,26
Q. splitting3	55,52	0,36
Line width1	11,47	0,38
Line width2	10,82	0,42
Line width3	8,75	0,54

1. táblázat. Lágyvas minta illesztésének adatai.

Kiolvasható a táblázatból, hogy a két legtávolabbi csúcs távolsága $d = 362{,}16 \pm 0{,}24$ (Q. splitting1). Egyszerűen jön tehát:

$$\delta v = \frac{\Delta v}{d} = 0{,}029314 \frac{mm}{s}$$

Ennek az értéknek a relatív hibája ugyanakkora, mint a mért paraméter relatív hibája: $\Delta \delta v = \delta v \cdot (\frac{0{,}24}{362{,}16}) = 1{,}9 \cdot 10^{-5} \frac{mm}{s}$. Ez pici.

Egy csatornaszámnak megfelelő energiakülönbség:

$$\Delta E = E \frac{\delta v}{c} = (1{,}4081 \pm 0{,}0009) neV$$

A továbbiakban ezt a kalibrációt fogom használni.

2. Izomér eltolódások

Feladatunk kiszámolni az acél, és a nátrium-nitroprusszid mindták izomér-eltolódását a lágyvaséhoz képest. A lágyvashoz három ilyen érték tartozik, de az elmélet szerint ezek ugyanazok, így átlagoltam, és az átlagtól való négyzetes eltérések gyökét vettem hibának. Ezután képeztem e szám, és a másik két mintára mért adatok különbségét. Az eredményeket a *2. táblázat* tartalmazza. A lágyvas mintára a fent leírt módon $Isomer = 252{,}65 \pm 0{,}56$. A hibákat a négyzetösszegek gyökének vettem.

	Acél	Hiba	NaNP	Hiba
Isomer shift	249,18	0,21	243,95	0,17
Eltérés (csatornaszám)	3,47	0,60	8,70	0,58
Eltérés (mm/s)	0,102	0,018	0,255	0,017
Eltérés (neV)	4,881	0,841	12,25	0,82

2. táblázat. Izomér eltolódások

3. Gerjesztett vas atommag élettartama

Ismert a következő összefüggés:

$$\Gamma \tau \approx \hbar$$

Ebben τ a gerejsztett állapot élettartama, Γ pedig az energiabizonytalansága. Utóbbi a Lorentz görbe szélessége, amiből a mérésleírásban szereplő elméletnek megfelelően:

$$\frac{\Gamma_i^{mért}}{\Gamma} = 2 + \frac{w_i T_A + T_F}{4} - \frac{(w_i T_A + T_F)^2}{625}$$

T_A és T_F az abszorbens és a forrás effektív vastagsága. $w_i = \frac{I_i}{\sum I_i}$ a relatív intenzitás. Az intenzitás a görbe alatti terület (az alpvonalat levonva), ám mi az amplitúdó és a félértékszélesség szorzatát fogjuk használni ($I_i = \Gamma_i^{mért} \cdot A_i$), ami arányos az integrállal, így a kapott relatív intenzitások úgyis ugyanazok lesznek.

A hibaterjedés szabályait figyelembe véve:

$$\delta I_i = A_i \cdot \delta \Gamma_i^{mért} + \delta A_i \cdot \Gamma_i^{mért}$$

Valamint:

$$\delta w_i = \frac{1}{\sum I_i} \delta I_i + \frac{I_i}{(\sum I_i)^2} \delta(\sum I_i) = \frac{\delta I_i}{\sum I_i} + \frac{I_i \sqrt{\sum (\delta I_i)^2}}{(\sum I_i)^2}$$

Így a következő értékeket kapjuk a lágyvas mintára:

Csúcs	I	δI	w	δw
1	6458	340	0,437	0,040
2	5399	339	0,365	0,037
3	2931	303	0,198	0,028

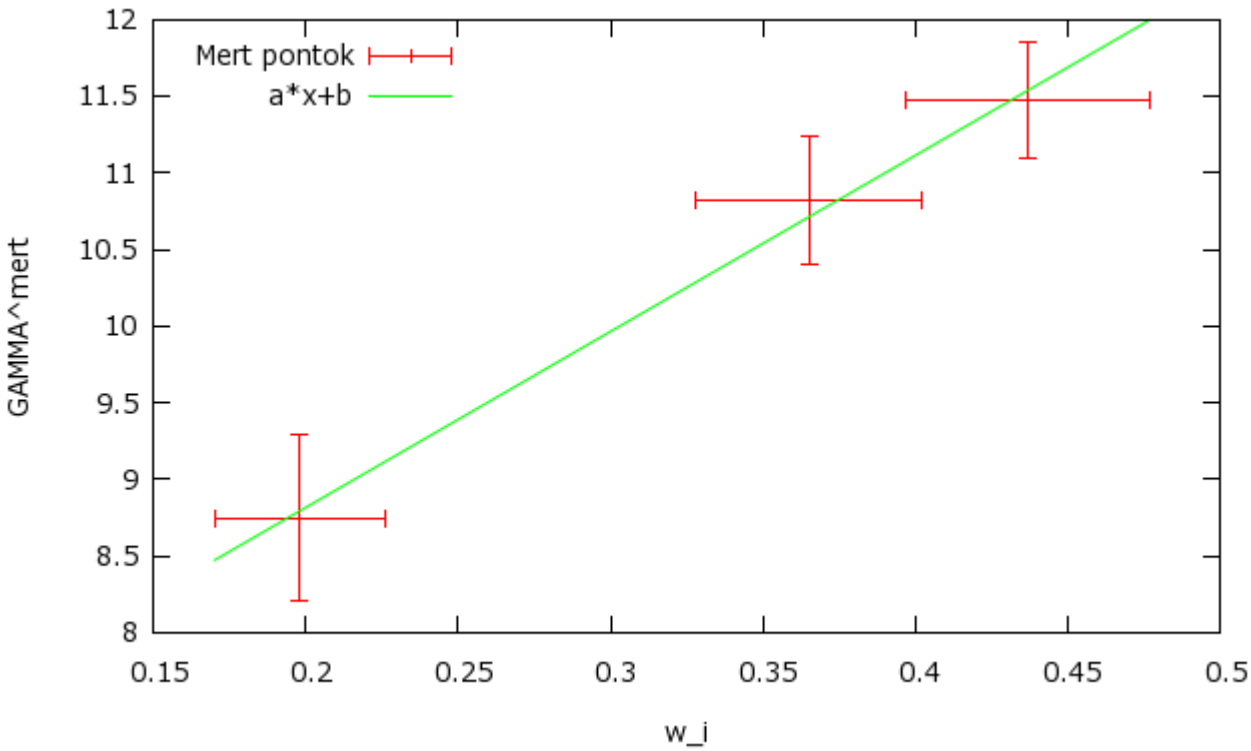
3. táblázat. Lágyvas minta csúcsintenzitásai

A fenti képletből a másodrendű tagot elhagyva, átalakítva kapjuk:

$$\Gamma_i^{mért} = \frac{T_A \Gamma}{4} w_i + 2\Gamma + \frac{T_F \Gamma}{4}$$

Nincs más dolgunk, mint w_i függvényében $\Gamma_i^{mért}$ pontkora egyenest illesszünk. Ennek meredességéből adódni fog Γ. Gnuplottal dolgoztam, ami csak y hibárka képes illeszteni, ezért az y relatív hibákat az x és y relatív hibák összegének vettem illesztésnél. Ábrázoláskor már a rendes hibákat rejzoltam ki.

Az ábrázolt adatpontok az illesztett egyenessel az *1. ábrán* láthatóak.



1. ábra. Lágyvas minta mért csúcsszélességei a relatív intenzitások függvényében.

Az illesztésből adódó értékek: $a = 11{,}47 \pm 0{,}85$, $b = 6{,}52 \pm 0{,}31$. A kalibráció segítségével ezek érténe eenrgia szerint: $a = (16{,}2 \pm 1{,}2)\, neV$, $b = (9{,}18 \pm 0{,}44)\, neV$ Ebből adódik Γ értéke:

$$\Gamma = \frac{b}{(2 + \frac{T_F}{4})} = (3{,}82 \pm 0{,}18)\, neV$$

Ebből:

$$\tau = \frac{\hbar}{\Gamma} = (1{,}706 \pm 0{,}08) \cdot 10^{-10}\, s$$

Számolható a lágyvas minta effektív vastagsága:

$$T_A = \frac{4 \cdot a}{\Gamma} = 16{,}98$$

És:

$$\delta T_A = \frac{4}{\Gamma} \delta a + \frac{4\, a}{\Gamma^2} \delta \Gamma = 1{,}69$$

$$T_A = 17 \pm 1{,}7$$

Számolható a többi minta effektív vastagsága is:

$$T_A = \frac{4\, \Gamma^{mért}}{\Gamma} - 8 - T_F$$

$$\delta T_A = \frac{4}{\Gamma} \delta \Gamma^{mért} + \frac{4\, \Gamma^{mért}}{\Gamma^2} \delta \Gamma$$

$\Gamma_{acél}^{mért} = (21{,}05 \pm 0{,}90)\, neV$, és $\Gamma_{NaNP}^{mért} = (12{,}81 \pm 0{,}68)\, neV$. Így adódik:

$T_A^{acél} = 13{,}5 \pm 4{,}2$, valamint $T_A^{acél} = 4{,}4 \pm 2{,}7$.

4. Elektromos térgradiens nátrium-nitroprusszid mintában

Inhomogén elektromos térben a mag energiaszintjei felhasadnak, mégpedig a következőképpen:

$$\Delta E = \frac{eQ}{4I(2I-1)} \frac{\partial^2 V}{\partial z^2} [3m_I^2 - I(I+1)](1+\frac{\eta}{3})^{1/2}$$

Ahol Q a kvadrupólmomentum, I a spin, m_I a spin z vetülete, η az aszmetria faktor. $Q_{3/2} = 0{,}21\, barn = 2{,}1 \cdot 10^{-29}\, m^2$, $I = 3/2$, $\eta = 0$.

$$\Delta E_{1/2} = \frac{eQ}{12} \frac{\partial^2 V}{\partial z^2} [\frac{3}{4} - \frac{15}{4}] = -3 \frac{eQ}{12} \frac{\partial^2 V}{\partial z^2}$$

$$\Delta E_{3/2} = \frac{eQ}{12} \frac{\partial^2 V}{\partial z^2} [\frac{27}{4} - \frac{15}{4}] = 3 \frac{eQ}{12} \frac{\partial^2 V}{\partial z^2}$$

$$\frac{\partial^2 V}{\partial z^2} = \frac{2(\Delta E_{3/2} - \Delta E_{1/2})}{eQ}$$

Az energiák különbsége egy-az-egyben a nátrium-nitroprusszidnál mért izomér eltolódás. Behelyettesítve:

$$\frac{\partial^2 V}{\partial z^2} = (7{,}788 \pm 0{,}044) \cdot 10^{21} \frac{V}{m^2}$$

5. A mag Zeeman-felhasadása

B indukciójú térben a mag a következőképpen hasad fel:

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

Lágyvas mintánál vizsgáljuk. Az 1/2 spinű 2, a 3/2 spinű állapot 4 nívóra hasad fel, amik között a kiválasztási szabályoknak megfelelően 6 féle átmenet lehetséges: ezt a hat csúcsot láttuk a laborban. A hat csúcs három párba rendezhető, amik intenzitása

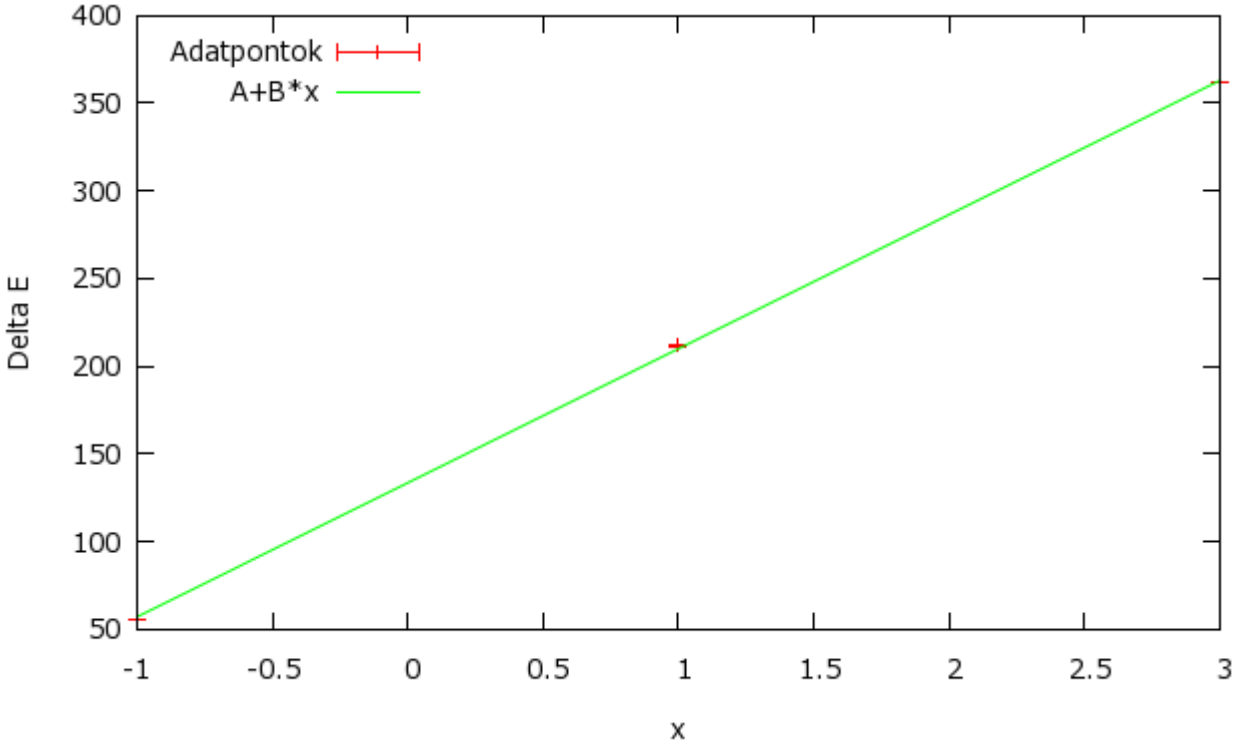
csoportelméleti megfontolások alapján elméletileg a következőképpen aránylanak egymáshoz:

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

Ha az 1/2-es spinű aénívók energia különbsége A, a 3/2-eseké pedig B, akkor a Q splittingek segítségével felírható a következő egyenletrendszer:

$$A + 3\mathrm{B} = 362{,}14 \pm 0{,}24$$
$$A + B = 211{,}90 \pm 0{,}26$$
$$A - B = 55{,}52 \pm 0{,}36$$

$\Delta E = A + Bx$ egyenletű egyenest illesztettem ezekre az adatpontokra:



2. ábra. A és B meghatározása.

Az illesztésből kapott értékek: $A = 133 \pm 2{,}0$, $B = 76{,}4 \pm 0{,}95$. Ezek még csatornaszámban vannak megadva. Az 1. pontban leírtak szerint átkalibrálva:

$A = (187 \pm 2{,}8)\,neV$, és $B = (108 \pm 1{,}3)\,neV$

Tudjuk, hogy $\mu_{1/2}=0{,}090604\,\mu_N=0{,}090604\cdot 3{,}15238\cdot 10^{-11}\,keV/T$.

$$A=\frac{\mu_{1/2}}{I_{1/2}}B_{ind}$$

Ebből:

$$B_{ind}=\frac{I_{1/2}A}{\mu_{1/2}}=(32{,}7\pm 0{,}49)\,T$$

Gerjesztett állapotra:

$$B=-\frac{\mu_{3/2}}{I_{3/2}}B_{ind}$$

$$\mu_{3/2}=-\frac{B}{A}\cdot\frac{I_{3/2}}{I_{1/2}}\mu_{1/2}=-0{,}1562\,\mu_N=-446\,\frac{neV}{T}$$

$$\delta\mu_{3/2}=\frac{1}{A}\cdot\frac{I_{3/2}}{I_{1/2}}\mu_{1/2}\,deltaB+\frac{B}{A^2}\cdot\frac{I_{3/2}}{I_{1/2}}\mu_{1/2}\,\delta A=0{,}0042\,\mu_N=11{,}9\,\frac{neV}{T}$$

$$\mu_{3/2}=(-0{,}1562\pm 0{,}0042)\,\mu_N=(-446\pm 12)\,\frac{neV}{T}$$

6. Elektromos térgradiens a Bohr-modellben

Az elektron Bohr sugárnyira kering az atommagtól: $r_B=5{,}29\cdot 10^{-11}$.

$$V=\frac{1}{4\pi\epsilon_0}\cdot\frac{e}{r}$$

$$V''(r_B)=\frac{e}{2\pi\epsilon_0 r_0^3}=1{,}945\cdot 10^{22}\,\frac{V}{m^2}$$

Mégegyszer:

$$\frac{\partial^2 V}{\partial z^2}=(7{,}788\pm 0{,}044)\cdot 10^{21}\,\frac{V}{m^2}\approx 0{,}4\,V''(r_B)$$

7. Mágneses tér a Bohr-modellben

$$B_{Bohr}=\mu_0 \frac{I}{2\mathrm{r}_B}$$

A köráram értéke:

$$I=\frac{e}{(2\pi r_B)/v}$$

Bohr-modellben:

$$m_e r_B v=\hbar$$

$$B_{Bohr}=\frac{\mu_0 e \hbar}{4\pi m_e r_B^2}=12{,}53\,T$$

8. Távolságingadozás

A mintánk legnagyobb kitérését a periódusidő negyedénél éri el, vagyis a 256-os csatornaszámnál. A kalibrávióból tudjuk, hogy ez $v_{max}=7{,}504\frac{mm}{s}$ sebességnek felel meg. A periódusidő: $T=41{,}2\,ms$. Egyszerű integrálással belátható:

$$x_{max}=\frac{1}{2}\frac{v_{max}}{T/4}\left(\frac{T}{4}\right)^4=0{,}04\,mm$$

Ha a minta 1 cm-re van a forrástól, ez 0,4%-os ingadozást jelent, ami kicsi, így a térszög állandónak tekinthető.

9. Gravitációs vöröseltolódás

Gravitácós térben gradiens irányban haladva haladva egy foton energiája, és ezzel hullámhossza is csökken. Megfelelő mértékű effektust ki is lehetne mérni. Az energiamérés pontossága (csúcsok helye, azaz isomer shift) az általánk lebonyolított mérésekben átlagosan 0,16 csatorna, ami 0,2256 neV-nak felel meg.

Egy foton energiavesztesége, ha a Föld terében (a felszínen) *h* magasságba emelkedik:

$$\Delta E=\frac{E}{c^2}gh$$

Ahol *E* = 14,4 keV, a folyamatban résztvevő foton eneriája.

$$h = \frac{c^2 \Delta E}{g E} = 144\, m$$

Ilyen magasra kellene feljuttatni egy fotont, hogy ezzel a berendezéssel ki tudjuk mérni az energiakülönbséget.

Mivel a detektor térszöge $1/r^2$-esen függ a távolságtól, így $(14400\, cm)^2 = 2{,}07 \cdot 10^8$ -szor olyan hosszú ideig tartana, azaz (ha 10 percig tartott egy mérés), nagyságrendileg 10000 évig tartana egy mérés, amit kényelmetlen kivárni.

Másik módszer, hogy a forrás aktivitását növeljük. A fent elmondottak alapján ugyanezzel a faktorral kellene megszorozni, hogy 10 perc alatt tudjuk elvégezni a mérést. Ez igen nagy aktivitást jelentene.

Összefoglalva azt mondhatjuk, hogy elméletileg megvalósítható a mérés, de gyakorlatilag elég ésszerűtlen értékek kellenének hozzá.