

Mérési jegyzőkönyv

Megjegyzés: A keretezett szövegek a mérés leírásából származnak, nem elvárt részei a jegyzőkönyvnek!

A feladatok leírásánál a szögletes zárójelbe tett szám az adott feladatra adható maximális részpontszámot jelenti.

Az itt megadott jegyzőkönyv részletesebb és bővebb, mint amelyet a versenyzők a szűk időkorlátok között képesek írni; vázlatosabban leírt tapasztalatokat is elfogadtunk teljes értékűként.

A mérés elve

A mérés során egy ismeretlen minta összetételét kell meghatározni tömegspektrometriás módszerrel. Ehhez először kalibrálnunk kell a spektrométert.

A program két dimenzióban szimulálja egy valódi spektrométer működését. A vizsgált minta atomjait az ionforrás ionizálja és felgyorsítja; az ionforrásból kihozott nyalábot hengerkondenzátoron (elektromos szűrő) és mágneses szektor-téren (mágneses szűrő) átvezetve fókuszáljuk a detektorra. A detektor helyét nekünk kell megválasztanunk.

[0] 1. feladat

Olvassuk el a Súlyó/Program használata menüpontban található anyagot! Célszerű az abban található leírások kipróbálása is.

Eloolvastam a mérési leírást.

[3] 2. feladat

Állítsunk be 3-4 különböző közepes tömeg értéket (nemcsak egész számokat lehet választani!), és figyeljük azt, hogy milyen mágneses tér tartományban tudja a készülék automatikusan beállítani a szükséges paramétereket! Jegyezzük le a tapasztalatokat!

A közepes tömeg és a mágneses indukció értéke alapján a program automatikusan állítja a szükséges gyorsítófeszültséget és a hengerkondenzátor feszültsé-

ségét. A gyakorlatban technikai okok miatt minden értéknek van alsó és felső korlátja, ezért nem minden értékkombináció működőképes.

m_k	$B_{\min}(\text{T})$	korlát?	$B_{\max}(\text{T})$	korlát?
30	0,10	B min	0,98	hk max
60	0,14	gyf min	1,39	hk max
90	0,18	gy min	1,71	hk max
120	0,20	gyf min	1,97	hk max
150	0,22	gyf min	2,00	B max

A közepes tömeg növelésével a szükséges mágneses indukció növekszik; a minimális érték kis mértékben, a maximális érték gyorsabban.

Az egyik korlát, hogy a B értéke minimum 0,10 T, maximum 2,00 T lehet. A minimumkorlátba alacsony tömegszámnál, a maximumba magas tömegszámnál ütközhetünk bele.

Az ionforrás gyorsítófeszültsége (gyf) és a hengerkondenzátor (hk) feszültsége is 1 kV és 120 kV között változhat, a legtöbb esetben ezek korlátozzák a beállítható mágneses indukciót: kicsi B értéknél a gyorsítófeszültségnek kellene 1 kV-nál kisebbnek lennie, nagy B -nél pedig a hengerkondenzátor feszültségének 120 kV-nál nagyobbaknak.

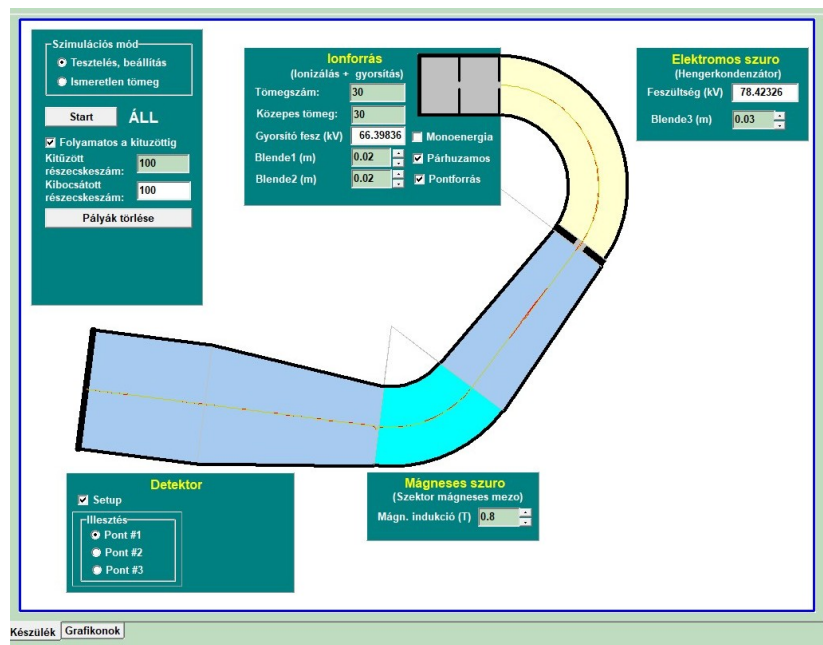
[3] 3. feladat

Vizsgáljuk a készülék fókuszálási tulajdonságait!

- Mindig csak egyet kapcsoljunk ki az ionforrásnál található jelölők közül (Monoenergia, Párhuzamos, Pontforrás)
- Indítsunk 100-200 részecskét, és figyeljük a pályájukat. Jegyezzük fel, hogy hol találunk fókuszpontokat!
- Ismételjük meg a b) pontot még két más közepes tömeg mellett is. Változik-e a fókuszpontok helyzete a közepes tömeg állításakor?
- Vonjunk le következtetést arra, hogy mi várható abban az esetben, ha a „valódi” mérésnél mindhárom jelölő ki lesz kapcsolva. Mit lehetne tenni a probléma csökkentésére? Próbáljuk is ki!

Az energia-, irány- és helyszórás hatását 30-as, 90-es és 150-es közepes tömeg beállításával és 100 részecske indításával vizsgáltam. A fókuszálási tulajdonságok a tömegszámtól függetlennek adódtak.

- **Energiaszórás:** A „Monoenergia” jelölő kikapcsolásával nincs megfigyelhető kiszélesedése a nyalábnak, vélhetően azért, mert az energiaszórás túl kicsi. Így viszont fókuszpontot sem lehet megállapítani.
- **Irányszórás:** A „Párhuzamos” jelölő kikapcsolásával szemmel láthatóan széttartó nyalábot kapunk. Ez először a hengerkondenzátor kimeneti blen-

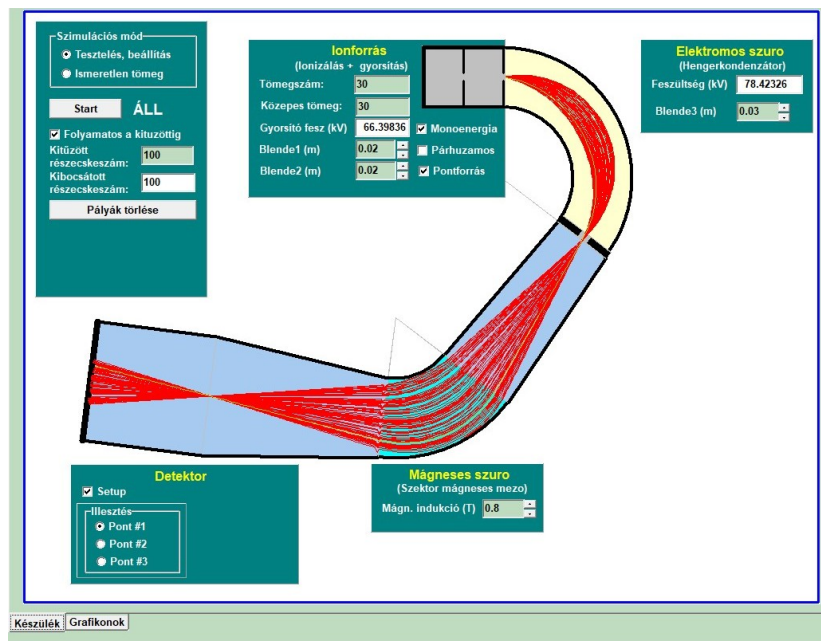


1. ábra. Az energia szerinti szórás észrevehetetlen

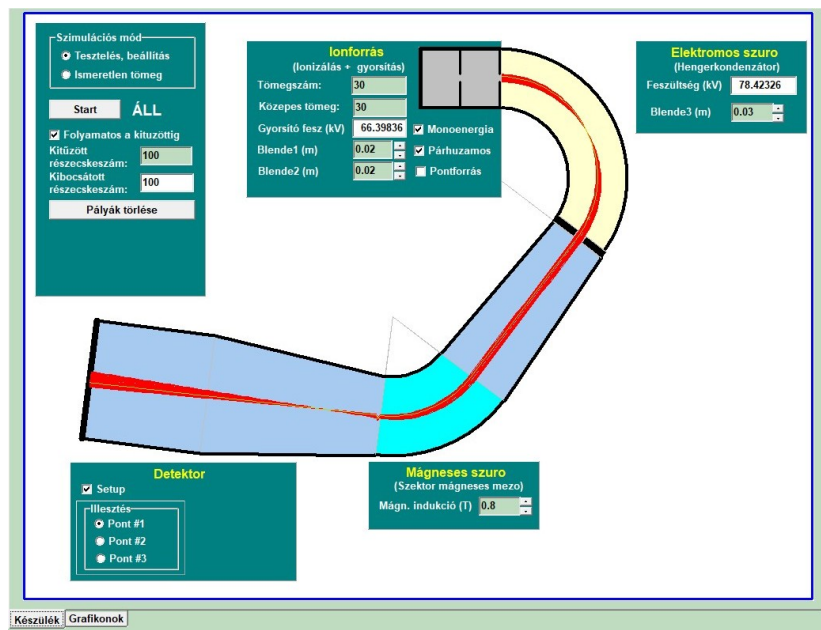
déjénél fókuszálódik, másodszor pedig a második driftcső kiszélesedő részének végénél.

- **Helyszórás:** A „Pontforrás” jelölő kikapcsolásával a nyaláb eleve széles az ionforrásból induláskor. Először a hengerkondenzátorban megtett út felénél fókuszálódik, másodszor pedig a mágneses szűrő utáni driftcső kb. harmadánál.

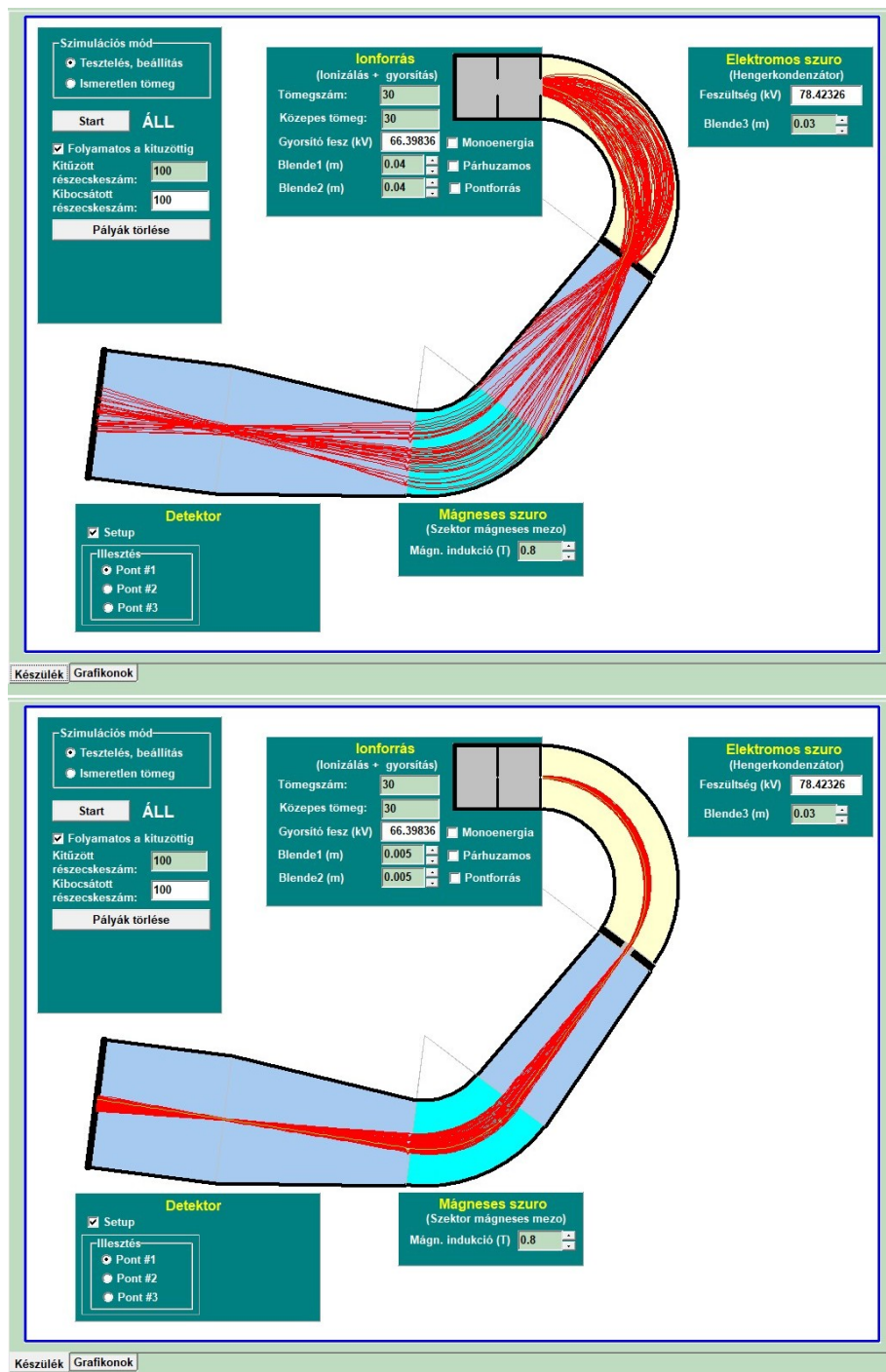
A valódi mérésnél mindhárom fajta szórás szerepet játszik. Látszik, hogy mivel a hely és irány szerinti eltérések nem ugyanott fókuszálódnak, ezért soha nem fogunk ideálisan egy pontba fókuszált nyalábot kapni. Ennek zavaró hatását az ionforrás blendéinek csökkentésével lehet mérsékelni: ha a második blende szűk, akkor „majdnem” pontforrást kapunk; ha mindkét blende szűk, akkor pedig a nyaláb széttartása is kicsi lesz. (A hengerkondenzátor utáni, 3. blende is szűkíthető, de ha a másik két blende tág, akkor ott az induló részecskék jelentős részét elveszítjük.) Célszerű tehát az ionforrás két blendéjét a továbbiakban a lehető legkisebb értékre, 5 mm-re állítani. (Egy valódi ionforrásnál ez természetesen azt okozná, hogy az ionforrásból egységnyi idő alatt kilépő részecskék száma drasztikusan lecsökken.)



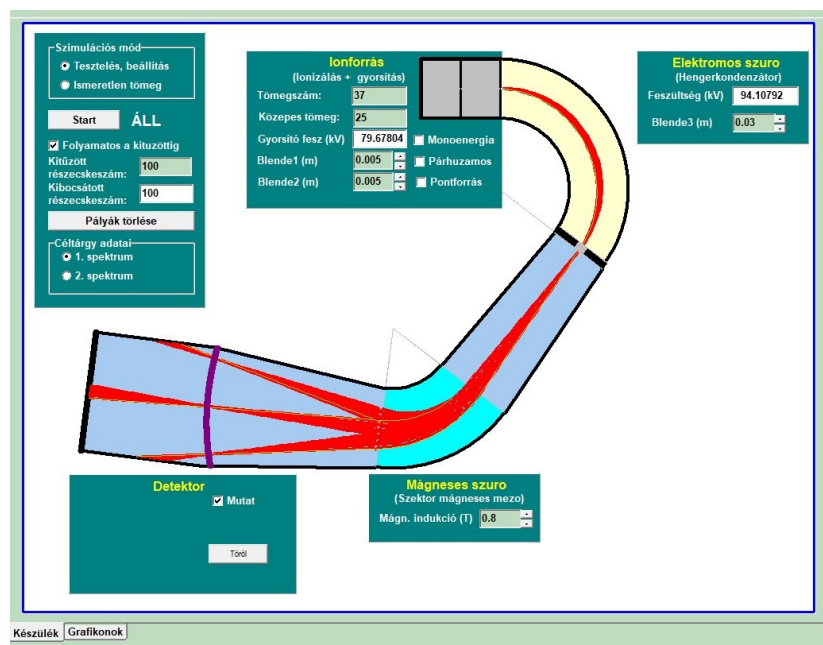
2. ábra. Az irány szerinti szórás és fókuszpontjai



3. ábra. A hely szerinti szórás és fókuszpontjai



4. ábra. A blendék hatása a fókuszpont élességére: tág blende (felül) és szűk blende (alul). Látható, hogy szűk blendével sokkal tisztább leképezést lehet elérni.



5. ábra. A tömegspektrométer a detektorral

[2] 4. feladat

- Próbáljuk megkeresni, hogy milyen tömeg-tartományba eshet az ismeretlen nyaláb!
- Ha megtaláltuk, akkor kapcsoljunk vissza Tesztelés, beállítás üzemmódba, és (az adott közepes tömeg megtartása mellett) három különböző tömeg mérésével határozzuk meg azt a három pontot, amelyen a detektor-lemeznek át kellene menni ahhoz, hogy a legjobb felbontást kapjuk (a nyaláb fókuszpontjai a detektorra essenek).
- Ha sikerült jól definiálni a detektort, akkor ne felejtsük el elfogadni!

Rövid próbálgatással kiderül, hogy az ismeretlen összetételű nyaláb akkor halad leginkább a tömegspektrométer középvonalában, ha a spektrométert 25 körüli közepes tömegre állítjuk be. (De működik bármi kb. 19 és 45 között.)

A detektor kijelölését 13, 25 és 37-es tömegszámú nyalábokkal végeztem. Az ionforrás blendéi a minimumra (5 mm-re) voltak szűkítve, a Blende3 30 mm-re nyitva (nem korlátozza a nyalábot), a mágneses indukció 0,8 T. A 3 fókuszpont alapján kijelölt detektornak enyhe görbülete van.

[3] 5. feladat

Gyűjtsük a detektorra érkező részecskéket az 1. spektrumban, és vegyünk fel legalább különböző tömeg mellett adatokat (csúcsokat) elegendő beütésszámmal ahhoz, hogy azokból meg tudjuk határozni a detektor „csatornáinak” a tömegekhez való hozzárendelését (kalibráció). A kalibráció során ne felejtjük el használni a Region Of Interest-et (ROI), mert ez a csúcs helyzetét (C) pontosabban meg tudja adni!

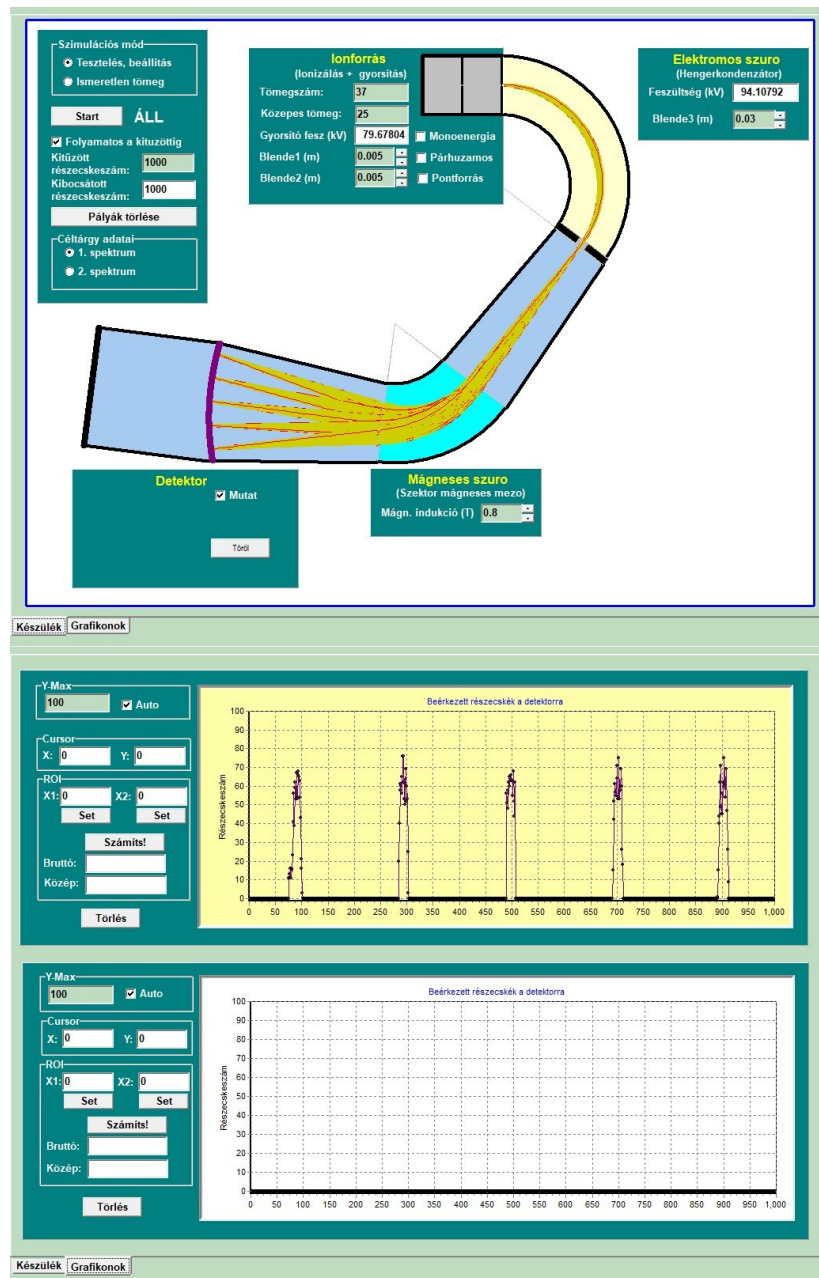
Öt különböző tömegszámnál (25 közepes tömeg mellett) meghatároztam a detektorra beeső nyaláb helyét ROI módszerrel. Minden részecsketömegnél 1000 részecskét indítottam. A korábbi beállításokon nem változtattam; részecskéket falba vagy a Blende3-ba ütközés miatt nem vesztettünk. A mért kalibrációs adatokat a következő táblázat tartalmazza.

tömegszám (M)	ROI közép (C)
13	90,2290
19	293,6160
25	498,0340
31	702,0120
37	902,3720

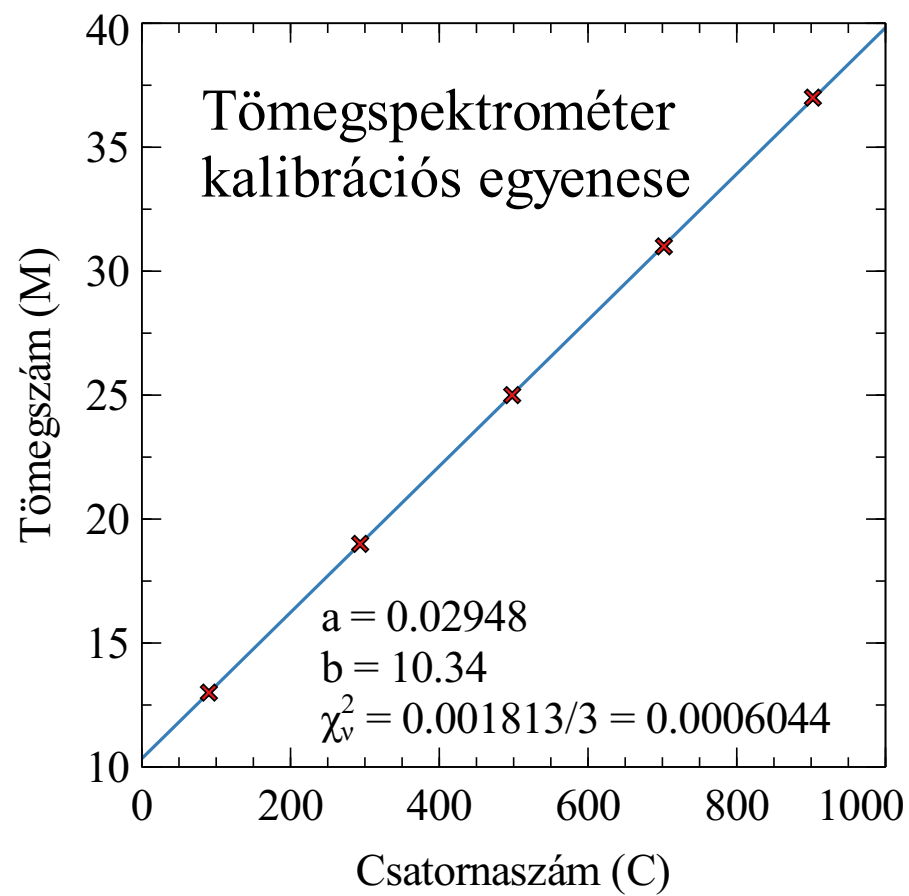
[3] 6. feladat

Határozzuk meg a detektor kalibrációs függvényét! $M = a \cdot C + b$, ahol C a spektrum „csatorna” száma (vízszintes tengely koordináta), M az annak megfelelő tömeg, és a és b konstansok. Ehhez használhatjuk a számítógépen lévő EXCEL programot, vagy bármilyen egyéb módszert (kézi számolás, milliméterpapír stb.). (EXCEL használata esetén esetleg ellenőrizhetjük azt is, hogy vajon a fenti lineáris közelítés elegendő-e, vagy másodfokú polinom használata szükséges?)

Az öt mérési pont alapján illesztett egyenes tökéletes illeszkedést mutat, nem szükséges másodfokú közelítés. Az $M = a \cdot C + b$ egyenes illesztett paraméterei: $a = 0,02948$ és $b = 10,34$.



6. ábra. A kalibrációhoz használt nyalábok és spektrum



7. ábra. A tömegspektrométer tömegszám-csatornaszám kalibrációs egyenese a mérés során használt beállításoknál

[1] 7. feladat

Miután az eddigi tapasztalatok alapján elvégeztük a spektrométer optimális beállítását, kapcsoljunk át az Ismeretlen tömeg meghatározására. Gyűjtsük a detektorra jutó részecskéket a 2. spektrumba (hogy ne írjuk felül az 1. spektrumban lévő kalibrációs spektrumot sem)! Állítsunk be egy megfelelően nagy Kitűzött részecskeszámot, és indítsuk el a szimulációt!

A korábban beállított paramétereken nem változtattam. Részecskeszámnak 10 000-et állítottam be, és elindítottam a szimulációt az ismeretlen nyalábbal. Ez meglehetősen sokáig futott, de közben lehetett dolgozni a jegyzőkönyvön.

[8] 8. feladat

A kitűzött részecskeszám lejárta után a 2. spektrum és a fenti kalibráció alapján határozzuk meg az ismeretlen nyalábban található részecskék tömegét, és az egyes komponensek százalékos arányát! Ne feledkezzünk el a kapott eredmények hibáinak becsléséről sem!

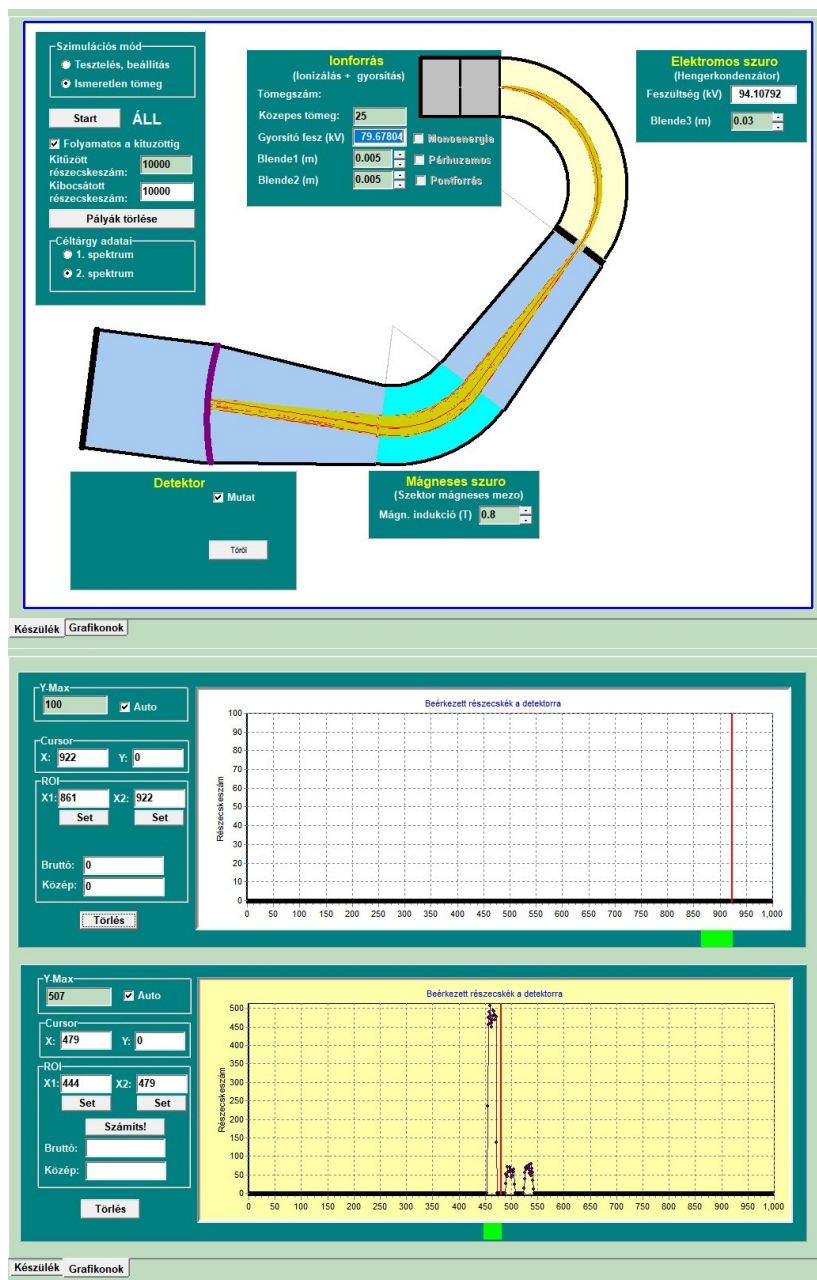
Látszik, hogy a nyalábbeli ionok 3 közeli, de a spektrumban jól elkülönülő csoportot alkotnak. Az egyes csúcsok helyét és részecskeszámát a ROI-k segítségével meghatároztam; a csatornaszámból a kalibrációs egyenes paramétereinek alapján kiszámoltam a tömegszámot:

csúcs	részecskeszám	részarány	C	M
1	7976	79,76%	463,4228	24,00
2	957	9,57%	497,5967	25,01
3	1067	10,67%	532,8725	26,05

A tömegmeghatározás hibája elsősorban a fent említett tényezőkből származik: a nyaláb azonos típusú részecskéinek is kicsit különböző az energiája/lendülete, eredeti mozgási iránya és helye a nyalábban. Ezek a természetes szórások azt eredményezik, hogy a részecskék nem egyetlen pontban, hanem egy területen fókuszálódnak.

A spektrometriában a felbontóképességet szokás a csúcsok úgynevezett félértékszélességével (FWHM, Full Width at Half Maximum) jellemezni. A grafikonon látszik, hogy a csúcsok szabálytalan alakúak, és meglehetősen élesen, meredeken indulnak felfelé, ezért ezt a mennyiséget itt nehéz meghatározni. Mivel a csúcsok jól elválnak egymástól, a spektrométer *felbontását* becsülhetjük a csúcs teljes szélességével. Ez kb. 20 csatorna, azaz $20 \cdot 0,02948 \approx 0,6$ tömegszám – azaz ha a nyalábban két összetevő tömege ennél közelebb lenne egymáshoz, azt már egy csúcsnak látnánk, nem kettőnek.

A tömeg meghatározásának pontossága, reprodukálhatósága ennél alighanem jobb, néhány század tömegszámnyi lehet. Ezt a mérés többszöri teljes



8. ábra. Az ismeretlen összetételű nyaláb tömegspektruma

elvégzésével és az eredmények összehasonlításával lehetne pontosabban meghatározni.

Az összetétel meghatározásának hibája elsősorban az indított véges számú részecske tömegeit meghatározó véletlen folyamatokon múlik; azon, hogy mennyire reprezentálja a generált minta a teljes populációt. Ennek relatív hibáját minél nagyobb részecskeszámmal lehet csökkenteni.

Az összetevők mennyiségi meghatározásának bizonytalansága szintén nem egyszerű. (A kapott százaléértékek ráadásul nem függetlenek egymástól, hiszen az összegük 100%.) A használt 10 000 részecskével kb. 0,5 százalékpontnyinak becsülöm – a mérés többszöri elvégzése és az eredmények összevetése után.

[0] 9. feladat

Ne felejtsük el a spektrométer beállításainak és az ismeretlen minta mérése (valamint a kalibráció) során kapott adatoknak az elmentését a Fájl/Mentés másként (elrendezés és mérési adatok) menüpont választásával, hogy a zsűri visszaolvashassa az adatainkat.

[2] 10. feladat

Készítsünk jegyzőkönyvet a mérésről! (2 pont a rendezettségre, olvashatóságra stb.) A jegyzőkönyv készülhet papíron, vagy elektronikusan a számítógépen lévő valamelyik program (pl. Word, Excel, Notepad stb.) segítségével. A jegyzőkönyvben mindenképpen utaljunk arra, hogy a mérés során melyik feladat végrehajtása során milyen fájlt (kép, adat) mentettünk el, és annak mi a neve.

Tanulságok a versenyről

A feladatot tökéletesen (25 pontra) megoldania senkinek sem sikerült, de születtek nagyon szép jegyzőkönyvek.

A szenioroknál az átlagos pontszám és szórás $12,79 \pm 5,43$ volt, a junioroknál ugyanez $11,50 \pm 4,14$. Meglepően kicsi különbség van a tapasztaltabb és a fiatalabb versenyzők átlagos pontszáma között.

A szenioroknál 2 versenyző ért el 21 pontot. A junioroknál a legmagasabb pontszám 19 volt.

[0] 1. feladat

A versenyzők számára a feladat elég összetettnek tűnt ahhoz, hogy senki nem kezdte el olvasás nélkül a programot nyomkodni. Az olvasnivaló meglehetősen hosszúnak bizonyult, és sok időt elvitt.

[3] 2. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $2,11 \pm 0,81$, a junioroknál $0,90 \pm 0,74$ volt.

A maximális 3 pontot az jelentette, ha valaki

- dokumentálta, hogy a tömeg és a mágneses indukció bizonyos kombinációi érvénytelen beállításokat eredményeznek;
- mindezt több különböző tömegszámnál és számszerűen feltüntetve a B lehetséges értékeit;
- és utalt arra, hogy a gyorsítófeszültség illetve a hengerkondenzátor minimális illetve maximális feszültsége korlátozza az elérhető tartományt.

A maximális 3 pontot a 19 szenior versenyzőből 6-an érték el; a juniorok között nem volt 3 pontos.

[3] 3. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $1,53 \pm 1,02$, a junioroknál $1,50 \pm 0,71$ volt.

A fókuszálási tulajdonságok vizsgálatánál pontok azért jártak, ha a versenyző helyesen leírta a fókuszálási viselkedésre vonatkozó tapasztalatokat több különböző közepes tömegnél – megemlítve, hogy a fókuszpontok helyzete a közepes tömegtől független (2 pont). Megoldási javaslatként azt vártuk, hogy a blendék szűkítése csökkenti a nyaláb szétkenődését (1 pont). A szenior kategóriában 5 versenyző volt, akik mindezt leírták, a juniorok között nem volt 3 pont.

Több versenyzőnél előforduló hiba volt, hogy a közepes tömeg helyett a tömegszámot változtatták (állandó közepes tömeg mellett), és a fókuszpontoknak a cső hossz tengelye menti helyzete helyett a keresztirányú eltolódásra koncentráltak. Olyan versenyző is akadt, aki csak a második driftcsőben található fókuszpontról írt, a hengerkondenzátorban található nem említette.

[2] 4. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $1,79 \pm 0,42$, a junioroknál $1,50 \pm 0,53$ volt.

Az ismeretlen nyaláb körülbelüli tömegének meghatározása és a detektor definiálása aránylag jól ment. Pontlevonás azért járt, ha nem volt dokumentálva a jegyzőkönyvben vagy a detektor helye és/vagy görbülete helytelenül volt meghatározva (azaz a detektor nem a fókuszpontokon ment át).

A 19 szenior versenyzőből 15-en itt a maximális 2 pontot kapták; a 10 junior közül ez 5-nek sikerült.

[3] 5. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $1,58 \pm 1,17$, a junioroknál $2,00 \pm 1,05$ volt.

Pontok ennél a feladatnál a kalibráció első felének jó végrehajtására jártak: megfelelően nagy részecskeszám (legalább 500), a tömegszámok egymáshoz nem túl közeli megválasztása, a ROI-k használata, és természetesen ezek megfelelő dokumentálása.

Ez hibátlanul a szenior versenyzők között mindössze 5-nek sikerült a 19-ből, míg a junioroknál 10-ből 4-nek. Ennél a részfeladatnál a juniorok jobb átlagos eredményt értek el!

[3] 6. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $1,68 \pm 1,38$, a junioroknál $1,50 \pm 1,18$ volt.

A kalibrációs egyenes paramétereinek meghatározásáért újabb 3 pont járt. Ezt Excel segítségével illetve papíron ábrázolva is el lehetett végezni. Nem járt teljes pontszám arra, ha a versenyző ábrázolás helyett pontpáronként számolt.

Viszonylag sok 0 pontos megoldás született ennél a részfeladatnál, sokan kifutottak az időből. Ez sajnos azt jelentette, hogy a mérés lényegi részével, a sok pontot érő 8. feladattal már szintén nem tudtak foglalkozni.

A szeniorok közül 8-an érték el a maximális 3 pontot; a juniorok közül mindössze ketten.

[1] 7. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $0,42 \pm 0,51$, a junioroknál $0,40 \pm 0,52$ volt.

Itt az 1 pont arra járt, hogy megfelelően nagy (legalább 1000) részecskeszámot választott-e a versenyző, hiszen kisebb statisztikánál a két kisebb csúcs nehezen észrevehető.

8 szenior és 4 junior versenyző kapott 1 pontot, nagyon hasonló átlagpontszámokat eredményezve.

[8] 8. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $2,05 \pm 2,53$, a junioroknál $2,20 \pm 2,20$ volt.

A mérés korábbi részei ezt a feladatot készítik elő. Pontok itt a következőkre jártak:

- a mérési paraméterek rögzítése;
- annak felismerése, hogy 3 különböző tömegű ion van a nyalábban (a helytelen detektorbeállítás vagy alacsony statisztika miatt nem mindenki találta meg mindhármat);
- az ionok tömegének meghatározása a ROI-k és a kalibrációs függvény paramétereinek segítségével;
- az összetevők százalékos arányának meghatározása;
- a hibák eredetének megemlítése vagy nagyságuk becslése.

A nyaláb összetétele egyébként a Mg természetes izotópösszetételét tükrözte:

tömeg	részarány
23,985	0,7899
24,986	0,1000
25,983	0,1101

Pontlevonás járt a túl nagy eltérésekért.

Az itteni alacsony pontszámok azt tükrözik, hogy egyrészt többen nem jutottak el idáig, másrészt pedig ez volt a legösszetettebb feladat. A szeniorok között egyetlen 8 pontos megoldás született és 2 versenyző ért el 6 pontot. A juniorok legjobb versenyzője 7 pontot ért el itt, és ketten értek el 4-et.

[0] 9. feladat

Erre a feladatra nem járt pont, csak emlékeztetőként szerepelt. Ennek ellenére volt rá példa, hogy hiányoztak a mentett adatok – vagy éppen nem jó helyre voltak elmentve, és a zsűrinek kellett összevadásznia azokat.

[2] 10. feladat

A szenior kategóriában az átlagos pontszám és szórás $1,63 \pm 0,60$, a junioroknál $1,50 \pm 0,53$ volt.

Végül 2 pont járt a jegyzőkönyv áttekinthetőségére, rendezettségére. A külalakot nem pontoztuk! Egyforma értékűnek fogadtuk el a számítógéppel és kézzel készült jegyzőkönyveket. A maximális 2 pontot kapta, aki a jegyzőkönyvben feltüntette a mérés legfontosabb végrehajtott mozzanatait, aránylag követhető formában. A valamilyen szempontból hiányos jegyzőkönyvek rendszerint 1 pontot kaptak. Az értékelésnél itt nem voltunk szigorúak, hiszen a szűkös időkorlát nem teszi lehetővé a túl részletes jegyzőkönyv készítését.

A szeniorok közül 13-an kapták meg a 2 pontot, a juniorok közül 5-en.