

## Elektronenspinresonanz

### NACHWEIS DER ELEKTRONENSPINRESONANZ AN DPPH

- Beobachtung der Resonanzkurve von DPPH.
- Bestimmung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit vom Magnetfeld.
- Bestimmung des Landé-Faktors des freien Elektrons.

UE5030100

01/18 UD



Fig. 1: Messanordnung

### ALLGEMEINE GRUNDLAGEN

Die Elektronenspinresonanz (ESR) basiert auf der Energieabsorption durch Stoffe mit ungepaarten Elektronen, die sich in einem externen magnetischen Gleichfeld befinden. Die Energie wird einem hochfrequenten Wechselfeld entnommen, das senkrecht zum Gleichfeld eingestrahlt wird. Entspricht die Frequenz des Wechselfeldes der Resonanzfrequenz, ändert sich resonanzartig die Impedanz der mit dem Stoff gefüllten Sendespule und auf dem Oszilloskop wird ein Ausschlag beobachtbar. Ursache für die Resonanzabsorption ist das "Umklappen" des magnetischen Moments des freien Elektrons. Die Resonanzfrequenz ist

abhängig von der Stärke des Gleichfeldes, die Breite des Resonanzsignals von dessen Homogenität.

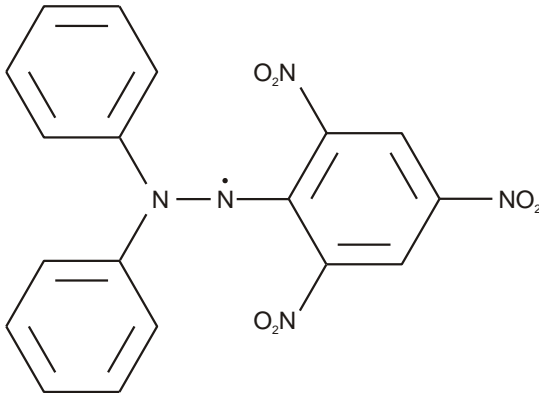


Fig. 2: Molekülstruktur von DPPH.

Das magnetische Moment eines Elektrons mit reinem Spinnmagnetismus nimmt im Magnetfeld  $B$  die diskreten Zustände

$$(1) E_m = -g_J \cdot \mu_B \cdot m \cdot B, \quad m = -\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$$

$\mu_B = 9,274 \cdot 10^{-24}$  J/T: Bohrsches Magneton  
 $g_J = 2,002$ : Landé-Faktor

ein. Der Abstand zwischen beiden Niveaus beträgt somit

$$(2) \Delta E = g_J \cdot \mu_B \cdot B$$

Resonanz ist genau dann erreicht, wenn die Frequenz  $f$  des eingestrahlten Wechselfeldes die Bedingung

$$(3) h \cdot f = \Delta E, \quad h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js: Planck'sche Konstante}$$

erfüllt.

Im Experiment wird die Elektronenspinresonanz an Diphenylpicryl-Hydrazyl (DPPH) nachgewiesen, einer organischen Verbindung, deren Moleküle ein ungepaartes Elektron aufweisen (Fig. 2). Das magnetische Gleichfeld wird in einem Helmholtz-Spulenpaar erzeugt und sägezahnförmig zwischen Null und dem Maximalwert  $B_{\max} = 3,5$  mT durchlaufen. Nun wird die kleinste Frequenz  $f$  eingestellt, bei der Resonanzabsorption an einer bestimmten Position auf dem Sägezahn, also bei einem vorgewählten Magnetfeld, stattfindet. Wird die Frequenz vergrößert, verschiebt sich die Resonanzabsorption zu größeren Magnetfeldern hin.

### GERÄTELISTE

1	ESR/NMR Basissatz @230V	1000638 (U188031-230)
oder		
1	ESR/NMR Basissatz @115V	1000637 (U188031-115)
1	ESR Ergänzungssatz	1000640 (U188501)
1	PC-Oszilloskop 2x25 MHz	1020857 (U11830)
2	HF-Kabel	1002746 (U11255)

### AUFBAU

- Die Basiseinheit aufbauen und an die Steuerkonsole anschließen wie in der Bedienungsanleitung zum ESR-Ergänzungssatz 1000640 beschrieben.
- Ausgang „SIGNAL OUT“ der Steuerkonsole an Kanal 1 des PC-Oszilloskops anschließen und Ausgang „FIELD OUT“ an Kanal 2.
- Am PC-Oszilloskop die folgenden Parameter einstellen:
 

Horizontal:	
Zeitbasis:	2 ms/div
Horizontale Trigger-Position:	5.000 ms
Vertikal:	
CH1:	
Spannungs-Skalenteilung:	1 V/div DC
Nullpunkt-Position:	-2.52 divs
CH2:	
Spannungs-Skalenteilung:	200 mV/div DC
Nullpunkt-Position:	-2.52 divs
Trigger:	
Single (nicht Alternate)	
Quelle:	CH2
Modus:	Edge
Flanke:	Rise
Schwelle:	400 mV
TriggerMode:	Auto

### DURCHFÜHRUNG

- An der Steuerkonsole die kleinste Frequenz einstellen, bei der ein definiertes Resonanzabsorptions-Signal beobachtet werden kann (ca. 37 MHz).
- Den Empfindlichkeitssteller „SENSITIVITY“ so einstellen, dass die Signalthöhe maximal ist.

Bei optimaler Einstellung ist ein schwaches Flackern der LED zu beobachten. Wenn die LED stark aufleuchtet, ist das Signal übersteuert.

- Die Resonanz-Spulenspannung  $U_R$  mit Hilfe des Cursors am PC-Oszilloskop ablesen (Fig. 3, 4). Dazu im Hauptmenü das Untermenü „Cursor“ auswählen, unter „Kanal:“ ein Häkchen bei „Spannung“ setzen und „CH2“ auswählen. Den ersten Cursor (Y1) zum Ablesen verwenden, den zweiten Cursor (Y2) auf 0.000 mV einstellen. Der zweite Cursor entspricht dann der Nullpunkt-Position -2.52 divs von CH1 und CH2.

#### Hinweis:

Nach jeder Parameteränderung am PC-Oszilloskop muss im Untermenü „Cursor“ erneut das Häkchen bei „Spannung“ gesetzt und „CH2“ ausgewählt werden.

- Messung für verschiedene Frequenzen zwischen 40 und 70 MHz in 5 MHz-Schritten wiederholen und jeweils die eingestellten Frequenzen sowie die gemessenen Resonanz-Spulenspannungen in die Tab. 1 eintragen.

#### Hinweis:

Bei Frequenzen größer als 45 MHz muss die Spannungs-Skalenteilung von CH1 von 1 V/div auf 500 mV/div eingestellt werden.

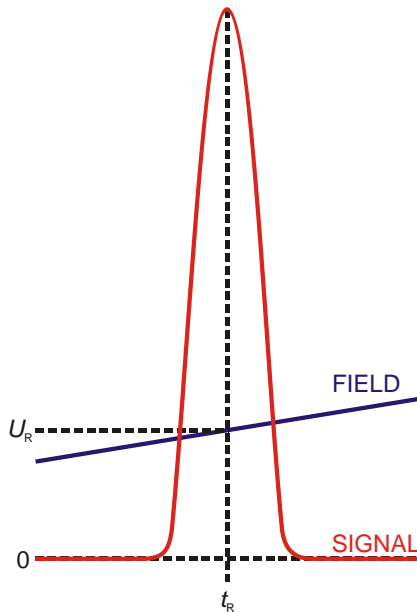


Fig. 3: Schematische Skizze zum Ablesen der Resonanz-Spulen-spannung  $U_R$  aus dem Oszillogramm.

- Aus den Resonanz-Spulen-spannungen  $U_R$  (Tab. 1) die Magnetfelder wie folgt berechnen:

$$(5) \quad B = 3,47 \frac{\text{mT}}{\text{V}} \cdot U_R$$

und die Werte in Tab. 1 eintragen.

Aus (2) und (3) ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen der Resonanzfrequenz  $f$  und dem Magnetfeld  $B$ :

$$(6) \quad f = g_J \cdot \frac{\mu_B}{h} \cdot B = a \cdot B.$$

Die Messwerte liegen also auf einer Ursprungsgeraden, aus deren Steigung  $a$  der Landé-Faktor bestimmt werden kann.

- Die eingestellten Resonanzfrequenzen (Tab. 1) gegen die aus den Resonanz-Spulen-spannungen berechneten Magnetfelder (Tab. 1) auftragen und eine Ursprungsgerade anpassen (Fig. 5).
- Den Landé-Faktor mit Hilfe von Gleichung (6) bestimmen:

$$(7) \quad g_J = a \cdot \frac{h}{\mu_B} = 30 \cdot 10^9 \frac{1}{\text{T} \cdot \text{s}} \cdot \frac{6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}}{9,274 \cdot 10^{-24} \frac{\text{J}}{\text{T}}} = 2,1.$$

Der Wert stimmt im Rahmen seiner relativen Unsicherheit von ca. 5% gut mit dem Literaturwert überein.

### MESSBEISPIEL UND AUSWERTUNG

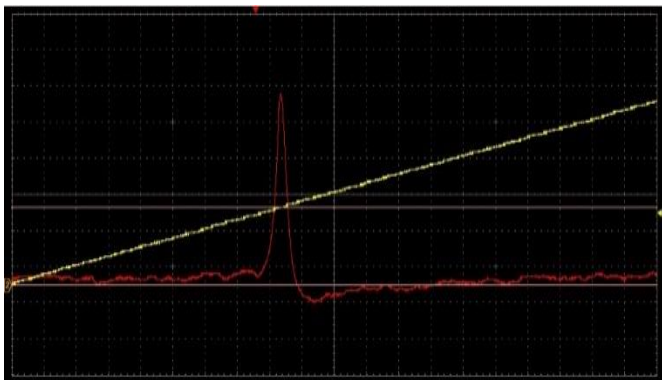


Fig. 4: Absorptionssignal (rot) und zeitlicher Verlauf des Magnetfeldes (gelb) bei der Elektronenspinresonanz an DPPH.

Tab. 1: Eingestellte Resonanzfrequenzen  $f$ , Resonanz-Spulen-spannungen  $U_R$  und daraus berechnete Magnetfelder  $B$ .

$f / \text{MHz}$	$U_R / \text{V}$	$B / \text{mT}$
37,408	0,360	1,25
40,006	0,384	1,33
44,996	0,432	1,50
49,995	0,480	1,67
55,004	0,524	1,82
59,999	0,580	2,01
65,004	0,632	2,19
70,005	0,680	2,36

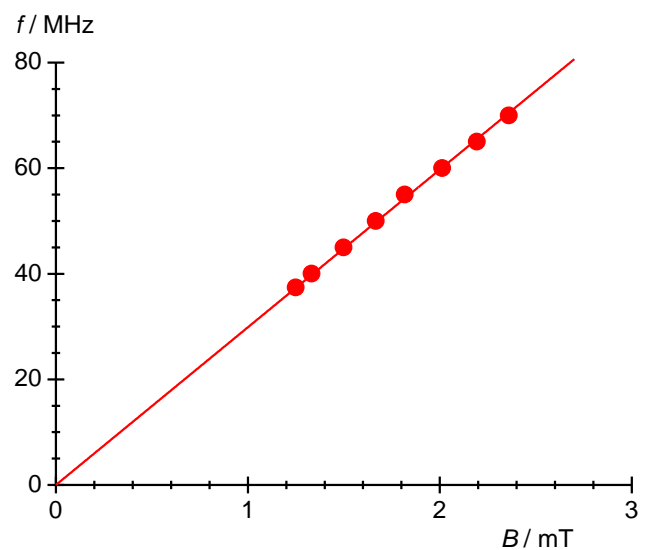


Fig. 5: Resonanzfrequenz  $f$  in Abhängigkeit vom Magnetfeld  $B$ .