

# Отчет по лабораторной работе "Спектроскопия электронного парамагнитного резонанса."

Гадецкий Дмитрий

Март 2019

## Ход работы и обработка данных

### Влияние амплитуды высокочастотной модуляции на вид спектров ЭПР

Были зарегистрированы спектры ЭПР ДФПГ при разных амплитудах модуляции магнитного поля, изменялась величина тока в модуляционных катушках. Видно, что с увеличением амплитуды модуляции амплитуда сигнала и расстояние между экстремумами увеличивается.

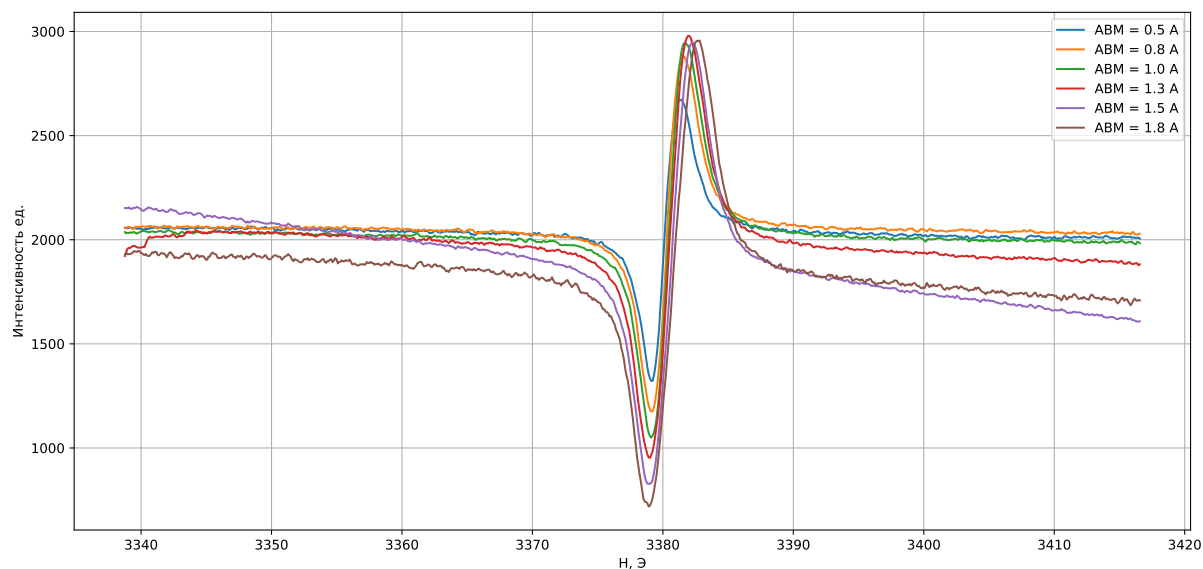


Рис. 1. спектры ЭПР ДФПГ (Зависимость от АВМ)

Были рассчитаны полуширины линий поглощения  $\delta H$  для каждой величины тока модуляции и далее приводится их зависимость от величины тока модуляции.

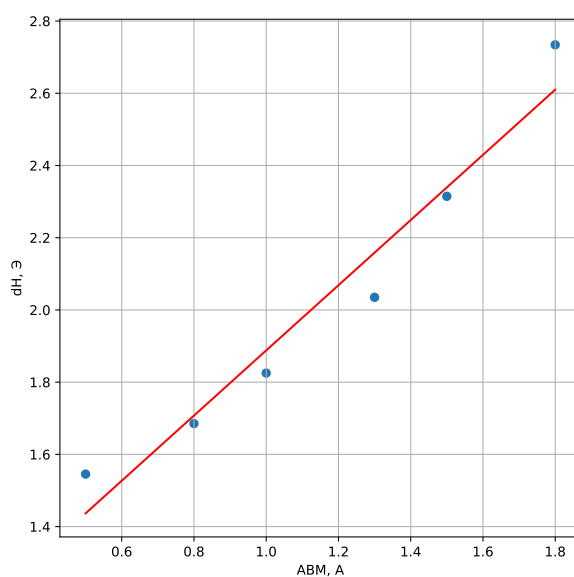
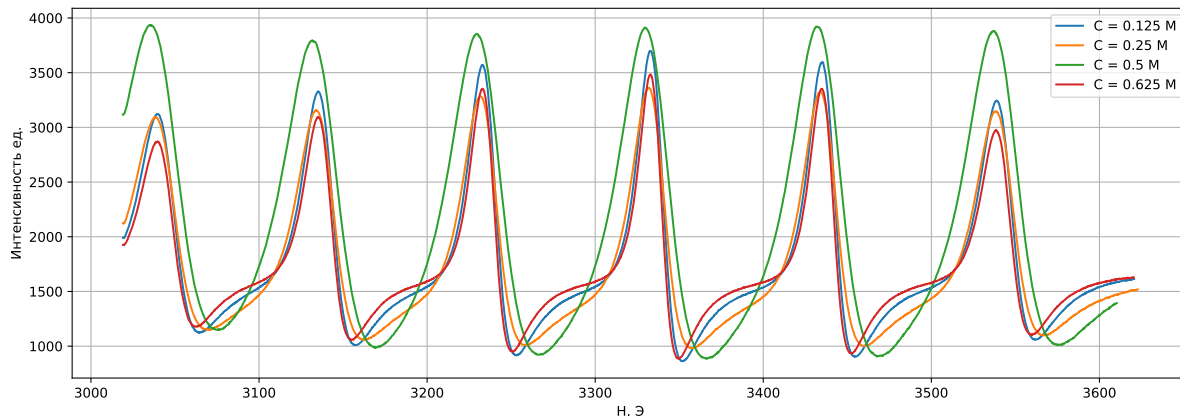


Рис. 2. Зависимость  $\delta H$  линий поглощения от величины тока модуляции

Максимальная амплитуда модуляции, для расчета которой использовался коэффициент наклона прямой (Рис. 2.) , оказалась равной  $(0.99 \pm 0.07)$  Э.

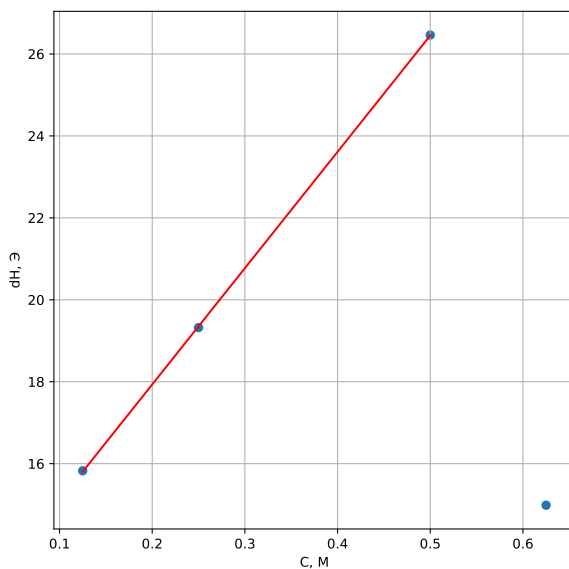
## Исследование скорости спинового обмена в растворах и кристаллах

Были зарегистрированы спектры ЭПР при разных концентрациях соли  $Mn^{2+}$ .



**Рис. 3.** Спектры ЭПР раствора  $Mn^{2+}$  при разной концентрации

С увеличением концентрации уменьшается амплитуда сигнала, но положения экстремумов остаётся практически теми же. Что касается концентрации в 0.5 М – просто использовался другой коэффициент усиления. Далее привожу график зависимости полуширины линии поглощения  $\delta$  от концентрации раствора. Измерения провожу по крайнему правому пику.



**Рис. 4.** Зависимость полуширины линии поглощения от концентрации раствора

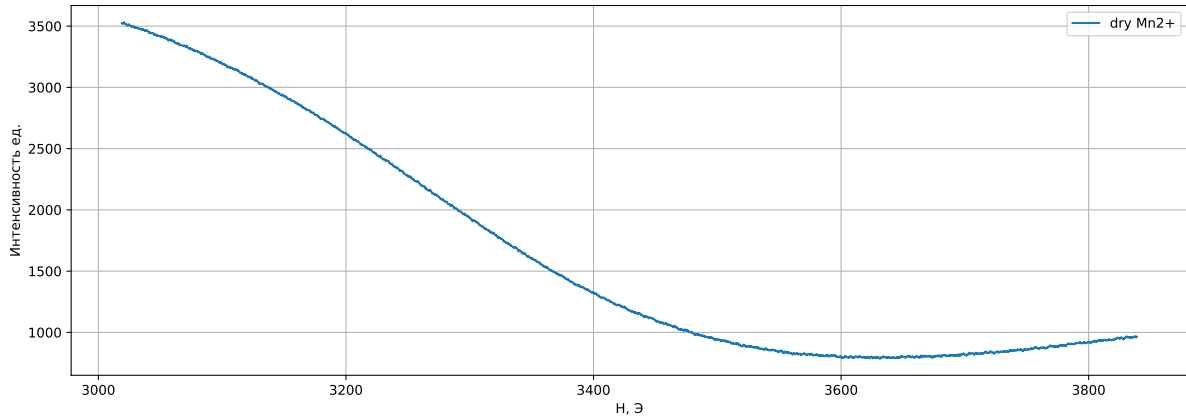
Одну точку после неоднократной перепроверки вычислений пришлось убрать из дальнейшего рассмотрения. По наклону полученной прямой (Рис. 4.) определяем константу спинового обмена  $K_e$  :

$$K_e = 4.9 \cdot 10^8 \pm 10^7 M^{-1} c^{-1}$$

Далее просто привожу характерный порядок частоты столкновений парамагнитных частиц в растворе:

$$\frac{1}{\tau} = K_e \cdot C \approx 2.5 \cdot 10^8 \text{ Hz}$$

На (Рис. 5.) представлен спектр ЭПР сухого порошка  $Mn^{2+}$ .



**Рис. 5.** Спектр ЭПР для сухого порошка  $MnCl_2$

Можно сделать следующие качественные выводы:

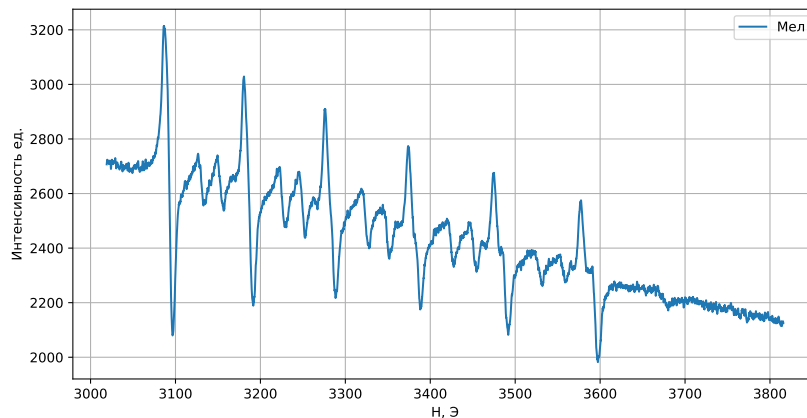
- 1) В растворе наблюдаем случай медленного спинового обмена. Скорость обмена увеличивается с увеличением концентрации
- 2) Для кристаллического марганца имеем случай быстрого спинового обмена, наблюдаем что пики усредняются и сливаются в один.

## Исследование сверхтонкой структуры спектров ЭПР.

Сначала определим константу сверхтонкого взаимодействия как расстояние между эквидистантными пиками для ионов  $Mn^{2+}$ .

$$a = 100.4 \pm 0.1 \text{ Г}$$

Далее будем наблюдать ЭПР спектр порошка мела:



**Рис. 6.** Спектр ЭПР порошка мела

В ЭПР спектре мела можно увидеть 6 линий поглощения. Причиной такого количества линий может являться ядро со спином  $5/2$ , это может быть изотоп кислорода  $^{17}\text{O}$  входящий в карбонат кальция. Доля  $^{17}\text{O}$  в природе – 0.038 %.

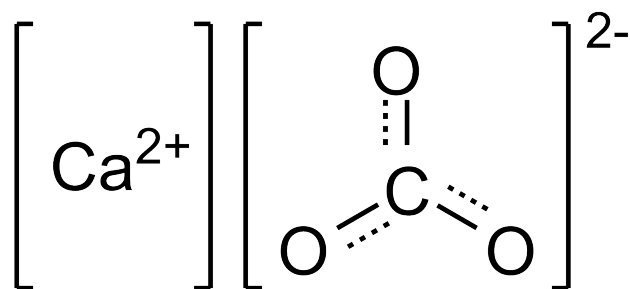


Рис. 7. Карбонат кальция

## Исследование влияния диэлектрических потерь на вид спектров ЭПР

Были измерены спектры ЭПР для растворов  $\text{Mn}^{2+}$  низкой концентрации:

- а) в капилляре
- б) в пробирке, сохраняя ту же высоту столба жидкости, что и в пункте а.
- в) в пробирке, сохраняя то же количество парамагнитных центров, что и в пункте а и при таком же объёме, как в пункте б.

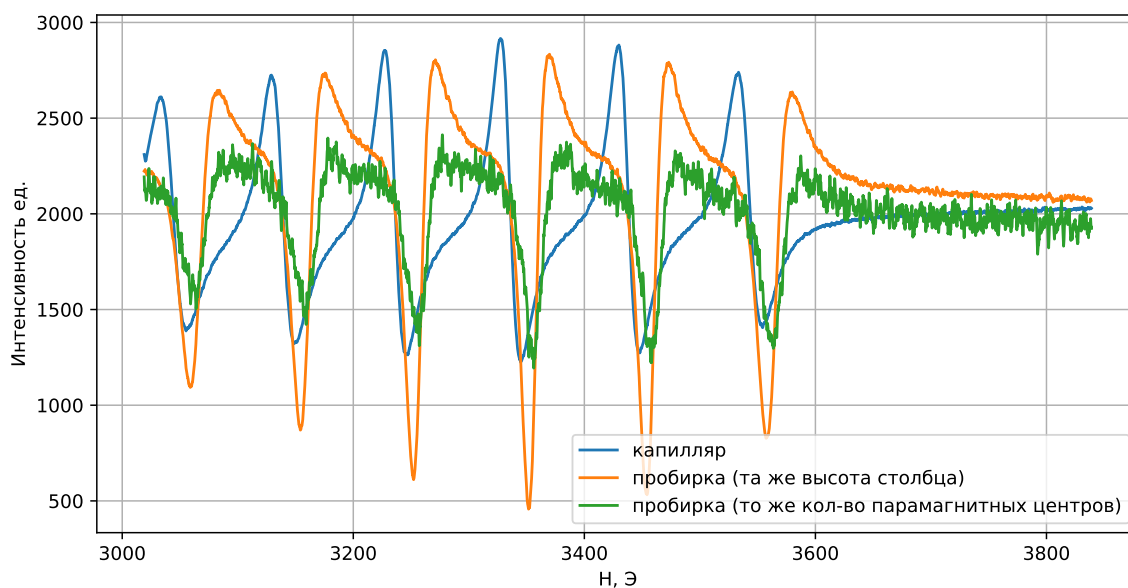


Рис. 8. Спектр ЭПР  $\text{Mn}^{2+}$

Анализ:

В случае а:

Уровень диамагнитных потерь наименьший.

В случае б:

В пробирке должно быть больше парамагнитных центров, уровень диамагнитных потерь наибольший.

В случае в:

Число парамагнитных центров осталось тем же, но амплитуда сигнала уменьшилась из-за увеличения диаметра сосуда с образцом.

## Выводы

- 1) Было установлено, что увеличение амплитуды модуляции помимо уменьшения шумов на спектре, приводит к уширению пиков. Оптимальная величина тока модуляции оказалась равной 1 А.
- 2) Было установлено, что увеличение концентрации раствора  $Mn^{2+}$  увеличивает скорость спинового обмена, уширяя пики.
- 3) Для катионов  $Mn^{2+}$  было измерено значение константы спинового обмена.  $K_e = 4.9 \cdot 10^8 \pm 10^7 M^{-1} c^{-1}$
- 4) Была определена константа сверхтонкого взаимодействия для раствора  $Mn^{2+}$  ( $a = 100.4 \pm 0.1$ ) Э.
- 5) Было продемонстрировано ухудшение сигнала при сильном разбавлении и увеличении объёма образца.