



KARL-FRANZENS-UNIVERSITÄT GRAZ
INSTITUT FÜR PHYSIK

23S PHY.L02UB FORTGESCHRITTENENPRAKTIKUM 2
678 Bachelorstudium Physik, UG2002/2021W

V. Festkörperphysik

Wachmann Elias Zach Andreas
12004232 12004790
Gruppe 12

Betreut von
Thomas Georg BONÉ, BSc MSc

24.03.2023

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	3
2	Voraussetzungen und Grundlagen	3
2.1	Elektronenbeugung	3
2.2	Elektronen im Magnetfeld	5
2.3	Elektronenspinresonanz	6
2.4	Unsicherheitsanalyse	10
3	Versuchsanordnung	11
3.1	Elektronenbeugung und Elektronen im Magnetfeld	11
3.2	Elektronen-Spin-Resonanz	11
4	Geräteliste	11
5	Versuchsdurchführung und Messergebnisse	12
6	Auswertung	12
7	Diskussion	12
8	Zusammenfassung	12

1 Aufgabenstellung [ref:angabe]

Die im vorliegenden Protokoll beschriebene Laboreinheit zum Thema *Festkörperphysik* gliedert sich in die drei folgenden Teilversuche:

- **Elektronenbeugung an einer polykristallinen Graphitprobe**
 - Berechnung der Wellenlänge der Elektronen in Abhängigkeit der Anodenspannung
 - Bestimmung des Gitterabstands von Graphit aus den ersten beiden Beugungsringen
- **Elektronen im Magnetfeld**
 - Messung der Auslenkung des Elektronenstrahls in Abhängigkeit der Stromstärke bei zwei unterschiedlichen Anodenspannungen
 - Berechnung des Krümmungsradius der Elektronenbahn aus der Auslenkung
 - Berechnung der magnetischen Induktion aus dem Spulenstrom
 - Grafische Darstellung von $1/r$ in Abhängigkeit von B
 - Bestimmung der spezifischen Ladung des Elektrons durch lineare Regression
- **Elektronen-Spin-Resonanz**
 - Bestimmung des Resonanzmagnetfeldes B_0 in Abhängigkeit von der gewählten Resonanzfrequenz
 - Bestimmung des Landé-Faktors von 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH)

2 Voraussetzungen und Grundlagen [ref:angabe]

2.1 Elektronenbeugung

Berechnung der Elektronenwellenlänge Um die im Versuch auftretenden Interferenzerscheinungen zu erklären wird den Elektronen, die beim Auftreffen auf die polykristalline Graphitprobe den Impuls p besitzen, eine Wellenlänge λ zugeordnet. Dieser Zusammenhang wird mit der Gleichung von de Broglie beschrieben:

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1)$$

wobei $h = 6,626\,070\,15 \cdot 10^{-34}$ Js das Planck'sche Wirkungsquantum beschreibt.

Der Impuls kann aus der Geschwindigkeit v bestimmt werden, die die Elektronen nach durchlaufen einer Beschleunigungsspannung U_B erreicht haben:

$$\frac{1}{2}m_e v^2 = \frac{p^2}{2m} = q_e U_B \quad (2)$$

Dabei beschreiben $q_e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ As}$ die Elementarladung (\equiv negative Elektronenladung) und $m_e = 9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ die Ruhemasse des Elektrons.

Die Wellenlänge der Elektronen ergibt sich somit zu:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e q_e U_B}} \quad (3)$$

Beugung von Elektronen an Kristallgittern In unserem Versuch trifft ein Elektronenstrahl auf eine polykristalline Graphitprobe und wird gemäß der Bragg-Bedingung gestreut:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad \text{mit} \quad n \in \mathbb{N} \setminus \{0\} \quad (4)$$

Dabei ist d der Abstand zwischen den einzelnen Netzebenen im Graphitgitter, n die Beugungsordnung und θ der Bragg-Winkel (Winkel zwischen Elektronenstrahl und Gitterebenen).

In einer polykristallinen Graphitprobe sind die Bindungen zwischen den einzelnen Lagen gebrochen, wodurch ihre Orientierung zufällig ist. D.h. man findet immer wieder Mikrokristallite mit der richtigen Orientierung zum Elektronenstrahl, sodass die Bragg-Bedingung erfüllt ist. Der gebeugte Elektronenstrahl ist daher in Form eines Konuses aufgefächert, wodurch die Interferenzringe am Schirm entstehen.

Der Bragg-Winkel kann aus dem Radius r des am Schirm sichtbaren Interferenzringes berechnet werden, wobei beachtet werden muss, dass der Ablenkungswinkel $\alpha = 2\theta$ doppelt so groß ist. Aus Fig. 3.2.4 sieht man direkt:

$$\sin(2\alpha) = \frac{r}{R} \quad (5)$$

mit R , dem Radius der Glaskugel und r ist der Radius des Interferenzringes. Für kleine Winkel α gilt:

$$\sin(2\alpha) \approx 2 \sin(\alpha)$$

Dadurch erhält man für kleine Winkel θ :

$$\sin(\alpha) = \sin(2\theta) \approx 2 \sin(\theta)$$

Mit dieser Näherung erhält man:

$$r = \frac{2R}{d} n\lambda \quad (6)$$

Die Radii der zwei inneren Interferenzringe stammen von den Netzebenen d_1 und d_2 des Graphits für $n = 1$.

2.2 Elektronen im Magnetfeld

Bewegt sich ein Elektron im Magnetfeld \mathbf{B} , so wirkt auf dieses die Lorentzkraft:

$$\mathbf{F}_L = -q_e (\mathbf{v} \times \mathbf{B})$$

Wenn man davon ausgeht, dass Geschwindigkeitsvektor \mathbf{v} und der Vektor der magnetischen Flussdichte \mathbf{B} senkrecht aufeinander stehen, so gilt:

$$F_L = -q_e \cdot v \cdot B$$

Die Lorentzkraft wirkt als Zentripetalkraft und zwingt das Elektron auf eine Kreisbahn mit dem Radius r , so dass folgende Beziehung gilt:

$$-e \cdot v \cdot B = \frac{m_e \cdot v^2}{r}$$

Die spezifische Ladung ergibt sich dann zu:

$$e_{\text{spez}} = -\frac{e}{m_e} = \frac{v}{rB}$$

Die kinetische Energie gewinnt das Elektron aus einem elektrischen Feld, in dem es beschleunigt wird:

$$-e \cdot U_A = \frac{m_e \cdot v^2}{2}$$

Aus den beiden Gleichungen folgt nun:

$$e_{\text{spez}} = -\frac{e}{m_e} = \frac{2U_A}{B^2 \cdot r^2}$$

Der Radius r der Kreisbahn lässt sich nicht direkt messen. Stattdessen wird diese Größe aus der Ablenkung s im Magnetfeld und aus dem Kolbendurchmesser d ermittelt. Man betrachte dazu Abbildung 2.1.

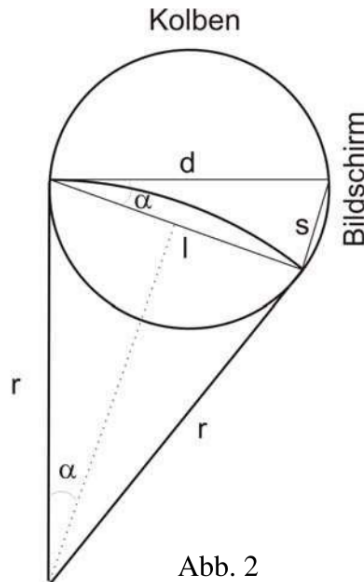


Abbildung 2.1: Schematische Skizze des Kolbens

$$d = 135 \text{ mm}$$

Die magnetische Flussdichte \mathbf{B} ist:

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} \quad (\text{T} = \text{Tesla})$$

$$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ H/m} \quad (\text{Permeabilitätskonstante})$$

\mathbf{H} – die Feldstärke

Die Feldstärke des nahezu homogenen Magnetfeldes des Helmholtzspulenpaars ist:

$$H = \frac{B}{\mu_0} = \frac{nR^2 I}{(R^2 + a^2)^{3/2}} = 33,8 \cdot 10^2 \text{ A m}^{-1} \quad (7)$$

n – Windungszahl je Spule ($n = 320$)

R – Radius der Spulen ($R = 6,8 \text{ cm}$)

a – halber Spulenabstand ($a = 3,4 \text{ cm}$)

I – Stromstärke je Spule

2.3 Elektronenspinresonanz

Seit ihrer Entdeckung durch E. K. Zavoisky (1945) hat sich die Elektronenspinresonanz (ESR) zu einer wichtigen Methode zur Untersuchungen von Molekül- und Kristallstrukturen, von chemischen Reaktionen und anderen Problemstellungen in Physik, Chemie, Biologie und Medizin entwickelt. Sie beruht auf der Absorption hochfrequenter elektromagnetischer Strahlung durch paramagnetische Stoffe in einem äußeren Magnetfeld, in dem die Spinzustände der Elektronen aufspalten. Elektronenspinresonanz ist auf paramagnetische Stoffe begrenzt, da hier die Bahndrehimpulse und Spins der Elektronen zu einem von Null verschiedenen Gesamtdrehimpuls koppeln. Geeignet sind z. B. Verbindungen, in denen Atome mit nicht vollständig aufgefüllten inneren Schalen (Übergangsmetalle, seltene Erden) eingebaut sind, organische Moleküle (freie Radikale), die einzelne ungepaarte Elektronen enthalten, oder Kristalle mit Gitterfehlstellen in einem paramagnetischen Zustand. Mit dem Gesamtdrehimpuls \vec{J} verbunden ist das magnetische Moment

$$\vec{\mu}_J = g_J \cdot \frac{\mu_B}{\hbar} \cdot \vec{J} \quad (8)$$

In einem Magnetfeld \vec{B}_0 erhält das magnetische Moment $\vec{\mu}_J$ die potentielle Energie:

$$E = -\vec{\mu}_J \cdot \vec{B}_0 \quad (9)$$

Sie ist gequantelt, da das magnetische Moment und der Gesamtdrehimpuls nur bestimmte diskrete Orientierungen zum Magnetfeld einnehmen können. Jeder Orientierung des Drehimpulses entspricht ein Zustand bestimmter potentieller Energie im Magnetfeld. Für die

Komponente J_z des Gesamtdrehimpulses parallel zum Magnetfeld gilt

$$J_z = \hbar \cdot m_J \text{ mit } m_J = -J, -(J-1), \dots, J-1, J \quad (10)$$

wobei die Drehimpulsquantenzahl J ganz- oder halbzahlig ist, d.h. die potentielle Energie spaltet auf in die diskreten Zeeman-Niveaus.

$$E = g_J \cdot \mu_B \cdot B_0 \cdot m_J \text{ mit } m_J = -J, -(J-1), \dots, J-1, J \quad (11)$$

Mit der Methode der Elektronenspinresonanz kann die Energieaufspaltung direkt gemessen werden. Dazu wird senkrecht zum statischen Magnetfeld \vec{B}_0 ein hochfrequentes magnetisches Wechselfeld

$$\vec{B}_1 = \vec{B}_{\text{HF}} \cdot \sin(\omega t) = \vec{B}_{\text{HF}} \cdot \sin(2\pi\nu t) \quad (12)$$

in die Probe eingestrahlt. Wenn die eingestrahlte Energie $h \cdot \nu$ dem Energieabstand ΔE zweier benachbarter Energieniveaus entspricht, d.h. wenn die Bedingungen

$$\Delta m_J = \pm 1 \text{ und } \Delta E = h \cdot \nu = g_J \cdot \mu_B \cdot B_0 \quad (13)$$

erfüllt sind, bewirkt das Wechselfeld ein „Umklappen“ der magnetischen Momente von einer Einstellmöglichkeit im Magnetfeld B_0 in die andere. Anders ausgedrückt werden Übergänge zwischen den benachbarten Niveaus induziert und es tritt ein Resonanzeffekt auf, der sich in der Absorption von Energie aus dem eingestrahlten magnetischen Wechselfeld durch die Probe zeigt.

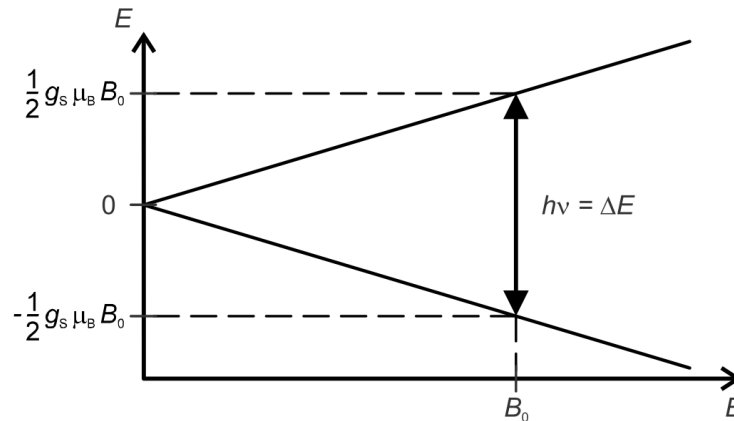


Abbildung 2.2: Energieaufspaltung des freien Elektrons im Magnetfeld und Resonanzbedingung für die Elektronenspinresonanz.

In zahlreichen Verbindungen spielt der Bahndrehimpuls eine untergeordnete Rolle und die Betrachtungen können sich auf den Spin der Elektronen beschränken. In Abbildung 2.2 ist die Situation der Einfachheit halber für ein freies Elektron dargestellt: Hier besteht der Gesamtdrehimpuls aus dem Spin \vec{s} des Elektrons.

Die Drehimpulsquantenzahl ist

$$J = s = \frac{1}{2}$$

und der Landésche Faktor hat den Wert

$$g_J = g_s \approx 2,0023$$

Im magnetfeld spaltet die Energie des Elektrons auf in die beiden Niveaus

$$E = g_S \cdot \mu_B \cdot B_0 \cdot m_s \text{ mit } m_S = \pm \frac{1}{2} \quad (14)$$

die einer Ausrichtung des Elektronenspins antiparallel und parallel zum Magnetfeld entsprechen. Bei einem Übergang zwischen den beiden Niveaus ist die Auswahlregel 13 automatisch erfüllt: Die Resonanzbedingung lautet analog zu 13

$$h \cdot \nu = g_S \cdot \mu_B \cdot B_0 \quad (15)$$

Misst man nun z.B. die aus dem eingestrahnten Wechselfeld absorbierte Energie bei fester Frequenz ν in Abhängigkeit om Magnetfeld B_0 , so erhält man eine Absorptionslinie mit einer halbwertsbreite δB_0 . Diese Linienbreite ist bei einem homogenen magnetfeld im einfachsten Fall Ausdruck der Unschärfe δE des Übergangs. Es gilt die Unschärferelation

$$\delta E \cdot T \geq \frac{\hbar}{2} \quad (16)$$

wobei T die Lebensdauer des Niveaus ist. Wegen Gleichung 13 gilt

$$\delta E = g \cdot \mu_B \cdot \delta B_0 \quad (17)$$

damit ist unabhängig von der Resonanzfrequenz ν

$$\delta B_0 = \frac{\hbar}{2 \cdot g_J \cdot \mu_B \cdot T} \quad (18)$$

Ausgewertet wird die Lage und die Breite der Absorptionslinien im ESR-Spektrum der untersuchten Proben: Aus der Lage bestimmt man gemäß Gleichung 13 den Landéschen Faktor $g_J \approx rProbe$. Er liegt bei einem freien Atom oder Ion zwischen dem Wert $g_J = 1$, der bei reinem Bahnmagnetismus erreicht wird, und $g_J \approx 2,0023$ für reinen Spinmagnetismus. Tatsächlich sind die mit der Methode der Elektronenspinresonanz untersuchten paramagnetischen Zentren jedoch nicht frei. In ein Kristallgitter eingebaut oder in Lösung von einer Solvathülle umgeben, wirken starke elektrische und magnetische Felder auf sie, die von den Atomen der Umgebung erzeugt werden. Diese Felder bewirken eine Energieverschiebung und beeinflussen die *Zeeman*-Aufspaltung der Elektronen. Dadurch ändert sich der Wert des g-Faktors, er wird häufig anisotrop, und in den ESR-Spektren tritt eine Feinstruktur auf. Es lassen sich also aus dem g-Faktor Rückschlüsse auf die Bindungsverhältnisse der Elektronen und den chemischen Aufbau der untersuchten Probe ziehen. Aus der Linienbreite können Aussagen über die dynamischen Eigenschaften gewonnen werden. Die Linienbreite wird – wenn man von nicht aufgelösten Feinstrukturen absieht – bestimmt durch mehrere Prozesse, die der Ausrichtung der magnetischen Momente entgegenwirken. Als Spin-Spin-Relaxation bezeichnet man die Wechselwirkung der ausgerichteten magnetischen Momente untereinander und als Spin-Gitter-Relaxation die Wechselwirkung der magnetischen Momente mit den fluktuierenden elektrischen und magnetischen Feldern,

die in Festkörpern durch die Gitterschwingungen oder in Flüssigkeiten durch die thermische Bewegung der Atome erzeugt werden. In einigen Fällen wird die Linienbreite durch sogenannte Austauschwechselwirkung beeinflusst und fällt erheblich kleiner aus, als bei reiner Dipol-Dipol-Wechselwirkung der Spins zu erwarten wäre. Für praktische Anwendungen entwickelte ESR-Spektrometer arbeiten hauptsächlich bei Frequenzen von etwa 10 GHz (Mikrowellen, X-Band). Die Magnetfelder liegen entsprechend in der Größenordnung 0,1 T bis 1 T. Im vorliegenden Versuch ist das Magnetfeld B_0 deutlich schwächer. Es wird mit Hilfe zweier Helmholtz-Spulen erzeugt und kann durch geeignete Wahl des Spulenstromes zwischen 0 mT bis 4 mT eingestellt werden. Dem konstanten Spulenstrom wird ein mit 50 Hz modulierter Strom überlagert. Also setzt sich das entsprechend modulierte Magnetfeld B zusammen aus einem Gleichfeld B_0 und einem 50 Hz-Feld B_{mod} . Die Probe befindet sich in einer HF-Spule, die Teil eines elektrischen Schwingkreises hoher Güte ist. Der Schwingkreis wird durch einen frequenzvariablen HF-Oszillator zwischen 15 MHz bis 130 MHz erregt. Ist die Resonanzbedingung 13 erfüllt, absorbiert die Probe Energie und der Schwingkreis wird belastet. Als Folge ändert sich der Wechselstromwiderstand des Schwingkreises und die Spannung über der Spule nimmt ab. Diese Spannung wird durch Gleichrichtung und Verstärkung in das Messsignal gewandelt.

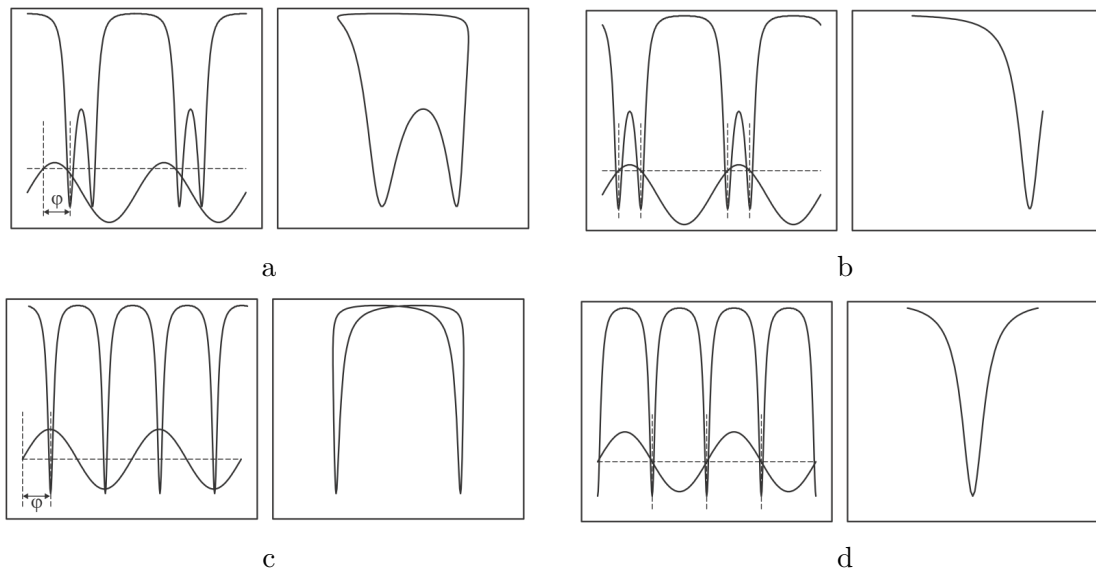


Abbildung 2.3: Oszilloskopbild des Messsignals (Y bzw. I) und des modulierten Magnetfeldes (X bzw. II)
links: Zweikanaldarstellung mit DC-gekoppeltem Kanal II
rechts: XY-Darstellung mit AC-gekoppeltem Kanal II

- a) unkorrigierte Phasenverschiebung φ , zu niedriges Gleichfeld B_0
- b) korrigierte Phasenverschiebung φ , zu niedriges Gleichfeld B_0
- c) unkorrigierte Phasenverschiebung φ , passendes Gleichfeld B_0
- d) korrigierte Phasenverschiebung φ , passendes Gleichfeld B_0

Das Messsignal erscheint am Ausgang des Betriebsgerätes zeitverzögert gegenüber dem modulierten Magnetfeld. Die Zeitverzögerung kann als Phasenverschiebung im Betriebsgerät korrigiert werden. Ein Zweikanal-Oszilloskop stellt im X-Y-Betrieb das Messsignal zusammen mit einer zum Magnetfeld proportionalen Spannung als Resonanzsignal dar. Das Resonanzsignal ist symmetrisch, wenn das Gleichfeld B_0 die Resonanzbedingung erfüllt und die Phasenverschiebung φ zwischen Messsignal und moduliertem Magnetfeld korrigiert ist (siehe Abbildung 2.3). Als Probensubstanz wird 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH) verwendet. Diese organische Verbindung ist ein relativ stabiles freies Radikal, das an einem Atom der Stickstoffbrücke ein ungepaartes Valenzelektron aufweist (siehe Abbildung 2.4). Dessen Bahnbewegung ist durch den Molekülaufbau praktisch ausgelöscht. Daher hat das Molekül einen g-Faktor, der fast dem eines freien Elektrons entspricht. Die Substanz ist in polykristalliner Form für die Demonstration der Elektronenspinresonanz sehr gut geeignet, da sie eine intensive ESR-Linie hat, die wegen der Austauschverschmälerung eine geringe Breite aufweist.

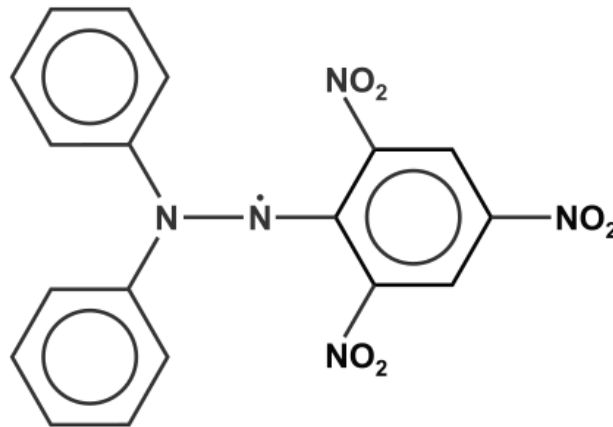


Abbildung 2.4: Chemische Struktur von 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH)

2.4 Unsicherheitsanalyse

Die explizit angegebenen Unsicherheiten der ermittelten Messgrößen basieren auf Berechnungen durch die Unsicherheitsangabe nach den Datenblättern der verwendeten Messgeräte. Diese sind in Tabelle 4.1 vermerkt beziehungsweise referenziert.

Die Fehlerfortpflanzung der berechneten Werte basiert auf der Größtunsicherheitsmethode nach Gauß. Um diese Berechnungen zeiteffizient durchführen zu können, wird für jeden Unterpunkt der Laborübung ein Skript in Python implementiert. Kernstück dessen ist das package `uncertainties` [1], das intern die Fehlerfortpflanzung berechnet. Gerundet wird nach den Angaben des Skriptums der Lehrveranstaltung „Einführung in die physikalischen Messmethoden“ [2].

3 Versuchsanordnung

3.1 Elektronenbeugung und Elektronen im Magnetfeld

Der Aufbau zu den beiden Teilversuchen *Elektronenbeugung* und *Elektronen im Magnetfeld* ist ident und in ?? dargestellt.

3.2 Elektronen-Spin-Resonanz

Der Aufbau des Teilversuchs *Elektronen-Spin-Resonanz* ist in ?? dargestellt.

4 Geräteliste

Tabelle 4.1: Verwendete Geräte und wichtige Materialien

Gerät	Hersteller	Modell	Inventar-Nr.	Anmerkung
Glühkathode	-	-	-	-
Graphitkristallgitter	-	-	-	-
Elektronenbeugungsröhre	-	-	-	-
Helmholtz-Spulenpaar	Leybold	555 604	-	320 Windungen, max. 2 A
Netzgerät	Phywe	11704.93	003576	220 V / 50 Hz, 220 VA
Hochspannungsnetzgerät	Leybold	522 37	-	-
Digitalmultimeter	TTi	1604	-	-
ESR-Grundgerät	Leybold	514 55	300025940001	-
Helmholtz-Spulenpaar	Leybold	555 06	-	-

5 Versuchsdurchführung und Messergebnisse

6 Auswertung

7 Diskussion

8 Zusammenfassung

Literaturverzeichnis

- [1] E. O. Lebigot. Uncertainties: a Python package for calculations with uncertainties. Website. o. D. URL: <https://pythonhosted.org/uncertainties/>.
- [2] R. Dämon u. a. „Einführung in die physikalischen Messmethoden“. In: Bd. 7. 2021.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Kolben Skizze	6
2.2	Zeeman Effekt	7
2.3	Oszilloskopbild des Messsignals	9
2.4	Chemische Struktur von 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH)	10

Tabellenverzeichnis

4.1	Geräteliste	11
-----	-----------------------	----