

Jihočeská univerzita
v Českých Budějovicích

Fakulta přírodovědecká

Ústav fyziky a biofyziky



FYZIKÁLNÍ PRAKTIKUM IV

Elektronová paramagnetická rezonance

Vypracoval: Milan Somora

České Budějovice 7. 12. 2017

Zadání

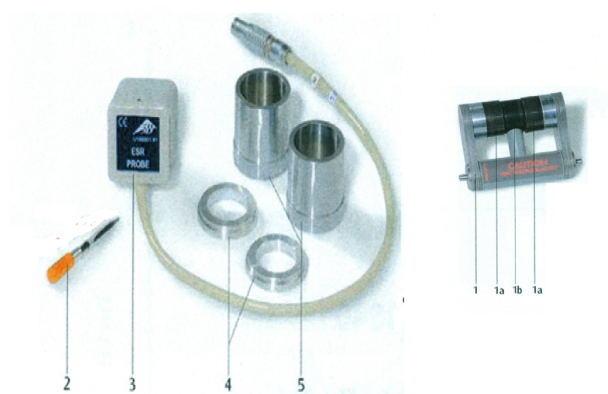
1. Změřte závislost magnetického pole na rezonanční frekvenci vzorku DPPH (radikál 2,2-difenyl-1-pikrylhydrazylu).
2. Určete jeho g-faktor.

Použité přístroje a pomůcky

Základní sada s ovládacím panelem pro EPR (obr. 1), měřicí přístroj 3B NETlog 3BNET U11300, notebook s 3B NETlab software, vybavení pro EPR (obr. 2): vzorek DPPH (2), EPR sonda (3), upevňovací kroužky (4), upevňovací válce (5), vysokofrekvenční kabely.



Obrázek 1: EPR / NMR základní sada s ovládacím panelem



Obrázek 2: Vybavení pro EPR

Teoretický úvod

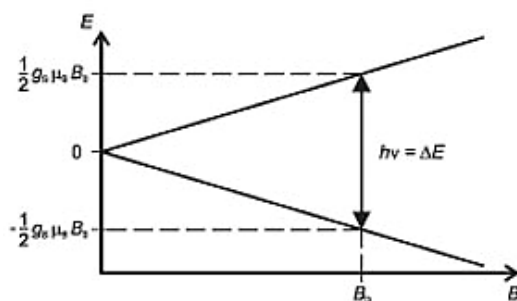
Elektronová paramagnetická rezonance (EPR) je spektroskopická metoda používaná ke zkoumání materiálů s nepárovými elektrony. Princip této metody je podobný jako u NMR (jaderné magnetické rezonance), místo změn spinového stavu atomových jader jsou však pozorovány změny spinového stavu elektronů. Tento jev byl poprvé pozorován sovětským fyzikem Zavoiským v roce 1944. Každý elektron má kromě orbitálního momentu hybnosti ještě vlastní moment hybnosti neboli spin. Spinové číslo elektronu je $s = 1/2$ a magnetické spinové číslo elektronu pak může nabývat hodnot $m_s = \pm 1/2$. V přítomnosti vnějšího magnetického pole tak dojde k rozštěpení původní energetické hladiny na dvě. Každý z těchto stavů má v důsledku Zeemanova jevu specifickou energii danou vztahem

$$E = m_s g_e \mu_B B_0, \quad (1)$$

kde g_e je tzv. g faktor (pro volný elektron $g_e = 2.00232$, μ_B je Bohrov magneton a B_0 magnetická indukce vnějšího magnetického pole. Pro rozdíl mezi dvěma energetickými stavy elektronů s různými m_s dostáváme

$$\Delta E = g_e \mu_B B_0. \quad (2)$$

Z rovnice (2) je zřejmé, že ΔE je přímo úměrné velikosti magnetické indukce vnějšího magnetického pole, což je znázorněno i na obr. 3.



Obrázek 3: Energetické hladiny elektronu v magnetickém poli

Nepárový elektron může měnit svůj stav absorpcí nebo emisí fotonu o energii $h\nu$, pokud je splněna rezonanční podmínka $\Delta E = h\nu$. Zde $h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ je Planckova konstanta a ν rezonanční frekvence. Dostáváme tak základní vztah EPR spektroskopie

$$h\nu = g_e \mu_B B_r, \quad (3)$$

kde $\mu_B = 9.274 \cdot 10^{-24} \text{ J} \cdot \text{T}^{-1}$.

Magnetické pole B_r vypočítáme ze vztahu

$$B_r = 3.47 U_r, \quad (4)$$

kde U_r je rezonanční napětí cívky.

Postup měření

1. Očistily se upevňovací kroužky, válce a snímací komůrka s isopropanolem.
2. Byly vloženy upevňovací kroužky na pravou a levou stranu snímací komory.
3. Byly nasunuty cívky do upevňovacího válečku a poté byly vloženy do základové jednotky. Připojilo se napájení cívek do zdírek „Coil“.
4. Boční šrouby se utáhly tejněměrně a upevňovací válec byl umístěn přesně na upevňovacích kroužcích.
5. Sonda byla vložena do komůrky v základové jednotce tak, aby se dotýkala krytu a byl připojen kabel ze snímače do ovládacího panelu (zdířka „Probe in“).
6. K ovládacímu panelu byl připojen osciloskop a byl nastaven kanál 1: 2 V/div, kanál 2: 1V/div a časová základna: 5 ms/div.
7. Byl připojen ovládací panel ke zdroji a byl vložen vzorek do vzorkové komory DPPH. Následně byl zdroj zapnut.
8. Na ovládacím panelu byla nastavena frekvence 50 MHz a citlivost byla nastavena tak, aby bylo dosaženo maximální amplitudy signálu (červená LED mírně blikala).
9. Bylo zaznamenáno rezonanční napětí cívky z přístroje 3BNET U11300 a k ní odpovídající rezonanční frekvence z ovládacího panelu.
10. Data z 3B NETlabu byla vyexportována do souboru.
11. Opakovalo se měření pro různé frekvence.

Vypracování

Naměřené hodnoty a výpočty jsou uvedeny v tabulce 1.

Nejprve byl ze vztahu (4) vypočítán Bohrov magneton. Potom byl ze vztahu (3) vypočítán g-faktor, tj.

$$g_e = \frac{h\nu}{\mu_B B_r}. \quad (5)$$

Aritmetický průměr g-faktoru

$$\overline{g_e} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n g_{ei} = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 g_{ei} = 2,043\,744\,069 \doteq 2,043\,74 \quad (6)$$

Č. měření	ν [MHz]	U_r [V]	B_r [T]	g_e [-]	Δ^2 [-]
1	50,012 00	0,505 00	1,752 00	2,039 10	0,004 64
2	55,030 00	0,556 00	1,929 00	2,040 60	0,003 15
3	62,297 00	0,637 00	2,210 00	2,013 60	0,030 09
4	60,089 00	0,609 00	2,113 00	2,031 60	0,012 16
5	65,098 00	0,655 00	2,273 00	2,046 40	-0,002 61
6	70,025 00	0,708 00	2,457 00	2,036 50	0,007 28
7	75,158 00	0,744 00	2,582 00	2,079 90	-0,036 23
8	78,024 00	0,779 00	2,703 00	2,062 30	-0,018 53

Tabulka 1: Naměřené a vypočtené hodnoty

Chyba měření

Odchylka

$$\Delta = \overline{g_e} - g_{ei}, \quad (7)$$

Chyba aritmetického průměru

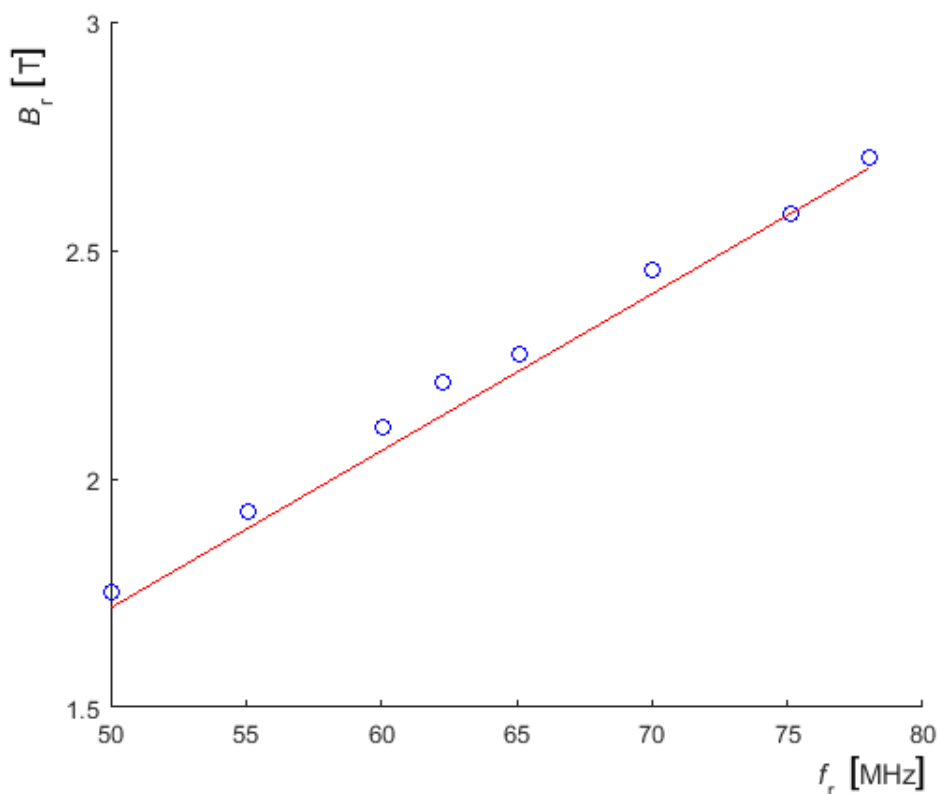
$$\sigma_{g_e} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta)^2}{n(n-1)}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^8 (\Delta)^2}{8(8-1)}} = 0,002\,500\,565 \doteq 0,002\,50. \quad (8)$$

Hodnota g-faktoru je

$$g_e = (2,043\,7 \pm 0,002\,5). \quad (9)$$

Z vypočtených hodnot byl vytvořen graf (obr. 4), který zobrazuje lineární závislost magnetického pole na rezonanční frekvenci.

Nakonec byla použita vyexportovaná data z 3B NETlabu a vytvořen graf (obr. 5), který zobrazuje rezonanční napětí cívky o frekvenci 70 MHz (nejvyšší pík).

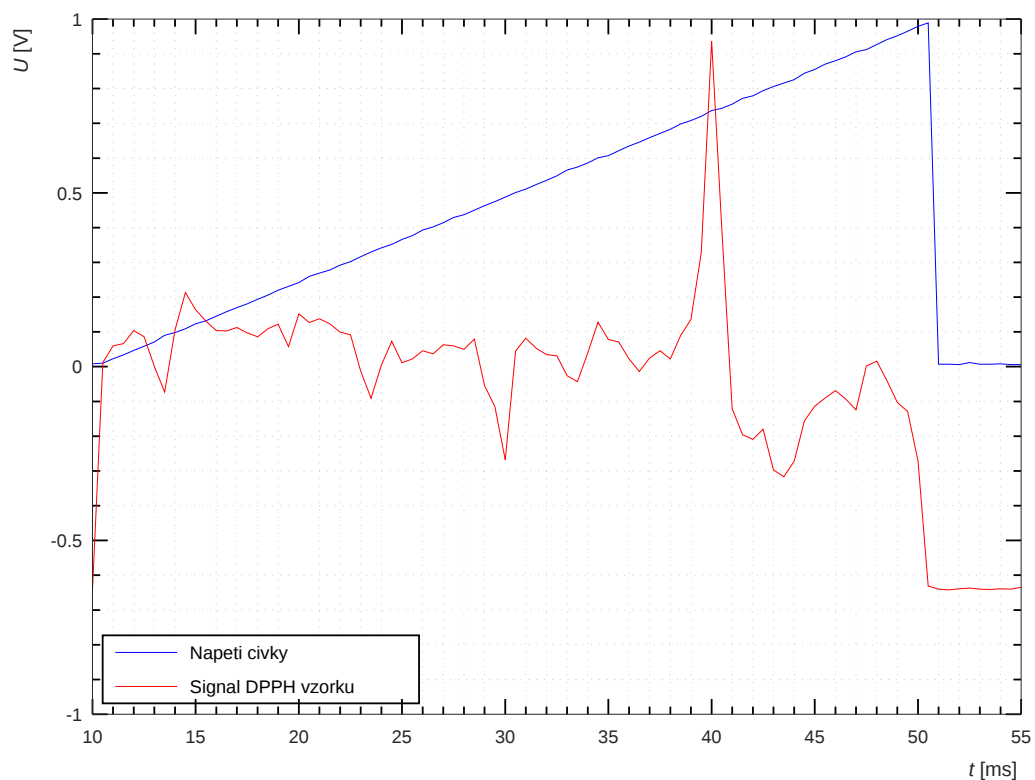


Obrázek 4: Závislost magnetického pole na rezonanční frekvenci vzorku (cívky)

Diskuze

Z obrázku 4 je zřejmé, že závislost mezi magnetickým polem a rezonanční frekvencí vzorku je lineární.

G-faktor pohybujícího se elektronu podle [1] je $g_e = 2,0023$. Měřením byla zjištěna hodnota g-faktoru pohybujícího se elektronu v magnetickém poli



Obrázek 5: Rezonanční napětí vzorku (cívky) o frekvenci 70 MHz

$g_e = (2,0437 \pm 0,0025)$. Hodnota v [1] spadá do intervalu chyby námi naměřené hodnoty.

Závěr

Závislost magnetického pole na rezonanční frekvenci vzorku je lineární. Hodnota g-faktoru pohybujícího se elektronu je $g_e = (2,0437 \pm 0,0025)$.