

ANFÄNGERPRAKTIKUM DER FAKULTÄT FÜR PHYSIK,
UNIVERSITÄT GÖTTINGEN

Versuch 30
Elektronenspinresonanz

Praktikant/in:

E-Mail:

Tutor:in:

Datum der Durchführung: 02.07.24

Testat:

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theorie	4
2.1	Spin	4
2.2	Helmholtzspulen	4
2.3	Probekörper	5
3	Durchführung	6
3.1	Aufbau	6
3.2	Experiment	7
3.3	Sicherheitshinweise	7
4	Auswertung	8
5	Diskussion	10
6	Anhang	11
6.1	Formeln für Fehlerrechnung und lineare Regression	11
	Literatur	13

1 Einleitung

Das erste Experiment zur Elektronenspinresonanz (ESR) wurde im Jahr 1944 von dem russischen Physiker Jewgeni Konstantinowitsch Sawoiski durchgeführt. Seitdem wird ESR in allen erdenklichen Anwendungsgebieten eingesetzt wie zum Beispiel in der Untersuchung biologischen Gewebes (auf Krebszellen etc.) oder Materialien in der Materialphysik oder für die Bestimmung von Makromolekülen in der organischen Chemie.

Voraussetzung dafür ist, dass die Probe oder ein geeignetes Kontrastmittel mindestens ein ungepaartes Elektron besitzt, sodass dieses Elektron ein magnetisches Moment ausbildet.

In diesem Versuch wird der Landé-Faktor aus der Resonanzfrequenz und dem korrespondierenden B-Feld bestimmt.

2 Theorie

2.1 Spin

Elektronen weisen eine Eigenschaft auf, die sich nach außen wie ein Eigendrehimpuls verhält. Diese Eigenschaft wird Spin genannt und mit der Quantenzahl s beschrieben, wobei Elektronen immer einen Spin von $s = \frac{1}{2}$ besitzen. Aus dem Spin folgt nun ein magnetisches Moment μ_s definiert als [1, S. 212]:

$$\mu_s = -g_s \frac{\mu_B}{\hbar} \mathbf{s}. \quad (2.1.1)$$

Dabei beschreibt \hbar die reduzierte Planck Konstante, μ_B das Bohrsche Magneton, g_s den Landé-Faktor und \mathbf{s} den Spin.

In einem externen Magnetfeld richtet sich der Spin aus, was durch die Magnetquantenzahl $m_s = \pm \frac{1}{2}$ beschrieben wird. Dabei gilt

$$E_{\text{pot}} = g_s m_s \mu_B |\mathbf{B}| \quad (2.1.2)$$

in einem Magnetfeld \mathbf{B} . Die Energiedifferenz zwischen diesen beiden Zuständen kann also beschrieben werden mit [1, S. 212]

$$\Delta E = g_s \mu_B |\mathbf{B}|. \quad (2.1.3)$$

Wird nun ein wechselndes Magnetfeld mit der Frequenz $\nu = \frac{\Delta E}{h}$ senkrecht zum konstanten Magnetfeld \mathbf{B} angelegt, kann diese Energiedifferenz durch sogenannte Elektronenspinresonanz beobachtet werden.

2.2 Helmholtzspulen

Als Helmholtzspulen wird ein Spulenpaar bezeichnet, welche einen Abstand zueinander gleich dem Radius der einzelnen Spulen R hat. Damit ergibt sich zwischen den Spulen ein näherungsweise homogenes Magnetfeld. Aus diesem Grund werden Helmholtzspulen häufig verwendet um Messungen innerhalb eines Magnetfeldes vorzunehmen. Nach dem Biot-Savart Gesetz [2, S. 503/504] kann man das Magnetfeld mit

$$B = \mu_0 \left(\frac{4}{5}\right)^{\frac{3}{2}} \frac{NI}{R} \quad (2.2.1)$$

berechnen, wobei μ_0 die magnetische Feldkonstante, R der Spulenradius, N die Windungszahl der Spulen und I die Stromstärke bezeichnet.

2.3 Probekörper

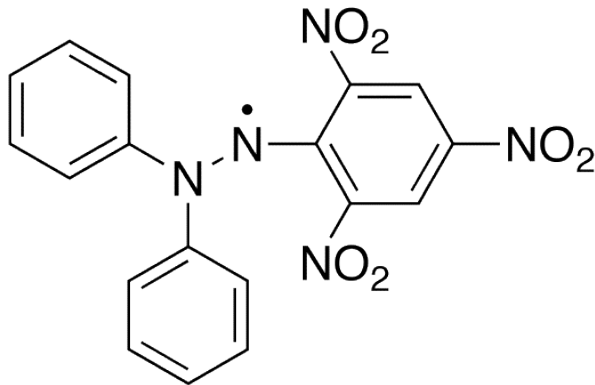


Abbildung 2.1: Strukturformel von 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH) [4]

Der in diesem Versuch verwendete Probekörper ist 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl, kurz DPPH, zu sehen in Abbildung 2.1. Dieses Molekül besitzt ein freies Radikal, gut zu sehen in der Abbildung, welches vom Molekül in guter Näherung nicht beeinflusst wird, mit einem Landé-Faktor von $g_s^{DPPH} = 2,0036$, analog zu dem eines einzelnen Elektrons. Damit eignet sich dieses Molekül besonders gut zur Vermessung von Elektronenspinresonanz.

3 Durchführung

3.1 Aufbau

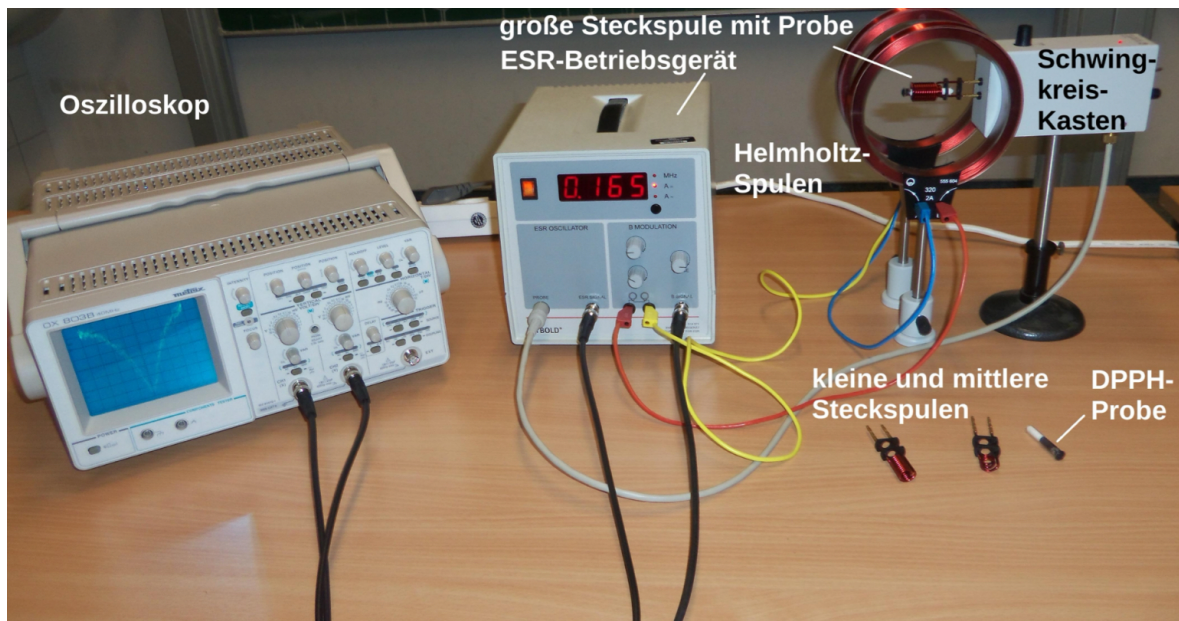


Abbildung 3.1: Genereller Aufbau des Versuchs mit den Beschriftungen und sichtbarer Verkabelung; aus [3, S. 93]

Die Helmholtzspulen sind mit dem Abstand, der gerade ihrem Radius entspricht, hier 6,8 cm – zueinander aufgestellt und nach Abbildung 3.2 mit dem ESR-Betriebsgerät verbunden. Eine der in Abbildung 3.1 dargestellten Steckspulen¹ steckt in dem Schwingkreis-Kasten, wobei die 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl-Probe (DPPH) in der Mitte der Helmholtzspulen in die Steckspule gebracht wird. Besagter Schwingkreis-Kasten ist wiederum mit einem sechspoligem Kabel mit dem ESR-Betriebsgerät verbunden, welches seinerseits mit Ausgang B SIGNAL an Kanal 1 und mit Ausgang ESR SIGNAL an Kanal 2 des Oszilloskops angeschlossen ist.

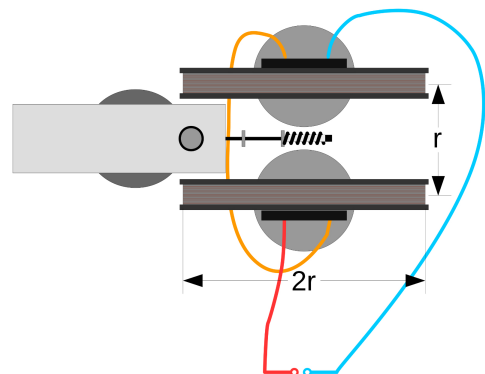


Abbildung 3.2: Verkabelung der Helmholtzspulen; Grafik aus [3, S. 95]

¹Diese jeweiligen Spulen erzeugen eine Frequenz 15 - 30 MHz für die längste, 30 - 75 MHz für die mittellange und 75 - 130 MHz für die kürzeste Spule.

3.2 Experiment

Zunächst wird mit dem Drehknopf am Schwingkreiskasten die Verstärkung auf maximal gestellt, um ein möglichst klares Bild am Oszilloskop über dem Hintergrundrauschen zu bekommen.

Schritt 1: Die Resonanzfrequenz werden mit dem Potentiometer am Schwingkreiskasten zu Beginn auf 15 MHz, die Modulationsamplitude mit dem Potentiometer am Betriebsgerät ($I \sim$) auf mittlere Position und die Phasenverschiebung mit entsprechendem Regler auf 0° gestellt.

Schritt 2 (am Oszilloskop): Im ty -Betrieb (rechtster Drehregler) werden beide Signale vom Schwingkreiskasten und den Helmholtzspulen betrachtet. Auf dem Betriebsgerät schalte man in den **A=** Modus. Dann wird der Gleichstrom angezeigt, der das Magnetfeld der Helmholtzspulen erzeugt. Diesen stelle man so ein, dass das sich dabei verändernde Signal äquidistante Minima auf der Zeitachse hat. Dabei stelle man den Modulationstrom gerade so gering ein, dass keine Satelliten in dem Signal zu sehen sind. Anschließend wird das Oszilloskop in den xy -Betrieb (selber Drehregler) geschaltet. Dann stelle man die Phase auf dem Betriebsgerät so ein, dass sich beide Signale überlappen und schließlich wird $I \sim$ so eingestellt, dass das Minima des sich ergebenden „ v “-Bildes als Signal auf die y -Achse fällt, also achsensymmetrisch wird. Die letzten beiden Schritte werden nun jedes Mal wiederholt, wenn man die Frequenz von 15 MHz bis 125 MHz in 5MHz-Schritten durchschaltet, sodass man dann die jeweiligen Wertepaare (I, f) aufschreiben kann, die auf dem Betriebsgerät abgelesen werden. Entsprechend der in Unterabschnitt 3.1 angegebenen Wertebereiche der Frequenz für die jeweiligen Resonanzspulen tausche man diese, sobald die einzustellende Frequenz den Wertebereich der alten Spule verlässt.

3.3 Sicherheitshinweise

Die Probe DPPH ist sehr reaktiv mit Wasserstoff. Daher muss bei Hautkontakt die betroffene Stelle mindestens 15 min lang mit viel Wasser abgewaschen werden. Beim Einatmen muss man sofort an die frische Luft gehen. In beiden Fällen ist ärztlicher Rat aufzusuchen.

4 Auswertung

Für die Auswertung der Messungen muss zunächst nach Gleichung 2.2.1 das Magnetfeld der Helmholtzspulen bestimmt werden. Die Fehler ergeben sich dabei nach Gaußscher Fehlerfortpflanzung 6.1.5 mit

$$\sigma_B = \sqrt{\sigma_I^2 \cot \left(\mu_0 \left(\frac{4}{5} \right)^{\frac{3}{2}} \frac{NI}{R} \right)^2} \quad (4.0.1)$$

wobei als $\sigma_I = \sqrt{0,001^2 + 0,0005^2}$ abgeschätzt wurde auf Grund einer Schwankung der Werte während der Messung um etwa $\pm 0,001$ A.

Da diese sich nicht in eine ihrem Radius entsprechende Entfernung bringen ließen muss dieser Wert um $(10 \pm 2)\%$ nach unten korrigiert werden.

Diese Werte wurden dann in Abbildung 4.1 mit der entsprechenden Resonanzfrequenz geplottet. Mit diesen Messdaten wurde mittels Pythons `linregress`-Funktion ein linea-

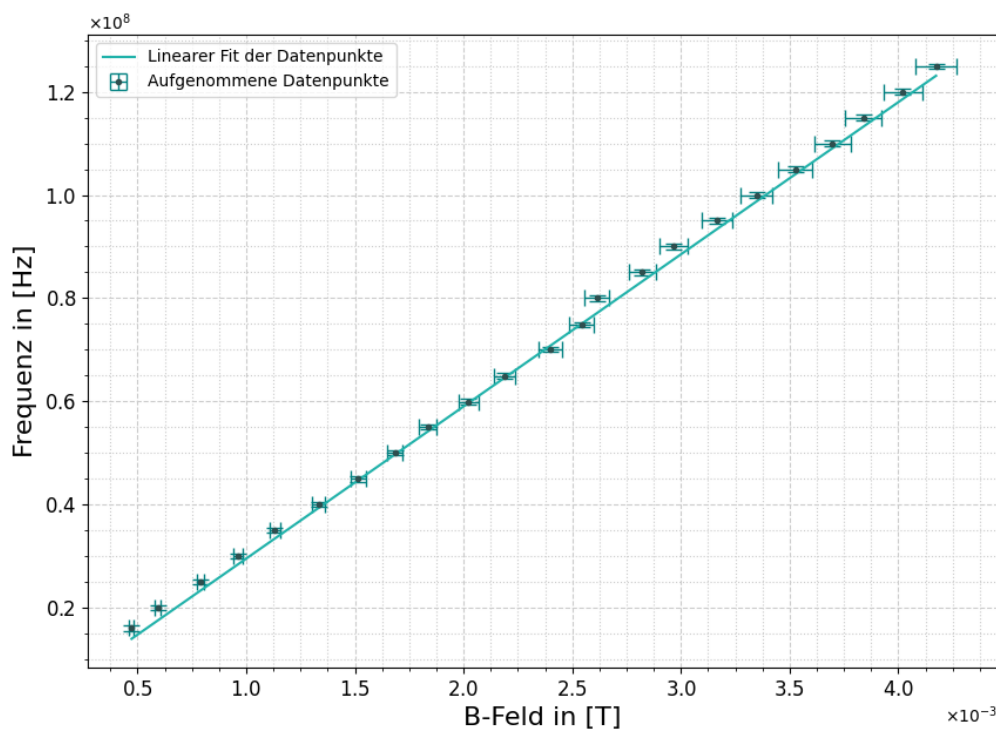


Abbildung 4.1: Resonanzfrequenz aufgetragen gegen das Magnetfeld der Helmholtzspule; die Steigung des linearen Fits durch die Datenpunkte dient zur Bestimmung des Landé-Faktors

rer Fit bestimmt. Auch dieser ist in Abbildung 4.1 zu sehen.

Die Steigung von diesem Fit ist gegeben als $m = (295.0 \pm 1.8) \cdot 10^8 \frac{1}{\text{T}}\text{s}$ und mit

$$g_s = \frac{h}{\mu_B} \cdot m, \quad (4.0.2)$$

welche direkt aus Gleichung 2.1.3 folgt, kann nun der Landé-Faktor g_s bestimmt werden.

Der Fehler ist dabei gegeben durch $\sigma_{g_s} = \sigma_m \frac{h}{\mu_B}$.

Der so bestimmte Landé-Faktor ist $g_s = 2.107 \pm 0.013$.

5 Diskussion

Der aus dem Experiment bestimmte Landé-Faktor von $g_s = 2.107 \pm 0.013$ liegt in einem 8σ -Intervall zum theoretischen erwarteten Wert für DPPH von $g_s^{\text{DPPH}} = 2.0036$. Dieses Fehlerintervall lässt sich einfach durch die Schwierigkeit akurater Fehlerabschätzung erklären. Es war nicht bekannt, wie groß der Fehler der Angezeigten Frequenz und Stromstärke tatsächlich sind. Der Regler für die Frequenz-Einstellung war auch sehr schwergängig und drehte durch. So war es auch nicht möglich eine Frequenz von 15 MHz einzustellen, weshalb die Messung erst bei 16 MHz begonnen wurde.

Es war auch nicht einfach die Probe exakt an der richtigen Stelle in die Spulen einzustecken, besonders bei der kurzen Spule führte dies schnell zu Schwierigkeiten, da die Probe deutlich länger war als die Spule und man so raten und ausprobieren musste, an welcher Stelle die Messung vorgenommen werden muss. Dies ist auch an den Messwerten zu erkennen, mit einem leichten Knick der Werte nach oben an der Stelle des Spulenwechsels.

Besonders bei der kleinen Spule flackerte das Bild des Oszilloskops zusätzlich mit sich periodisch auf und ab bewegenden Werten, was es erschwerte die xy-Kurve symmetrisch einzustellen. Dieses Problem ist bei allen Spulen aufgetreten, war aber bei der kleinen Spule am stärksten.

Des Weiteren wäre es hilfreich wenn bei dem Versuchsaufbau eine Anleitung zur Bedienung des Oszilloskops beigelegt hätte, da es zwar zu Beginn des 2. Praktikums eine Einführungsveranstaltung zur Verwendung eines Oszilloskops gab, diese jedoch ein komplett anderes Gerät behandelte. Dazu kommt, dass das Handbuch nicht besonders klar darüber Auskunft gibt, welche Einstellungen am Gerät vorzunehmen sind und die Video-Anleitung teils widersprüchliche Informationen enthält.

6 Anhang

6.1 Formeln für Fehlerrechnung und lineare Regression

Mittelwert (Bestwert, für den die quadratischen Abweichungen minimal werden): wird verwendet, um verschiedene Werte für **dieselbe** gemessene Größe zu mitteln:

$$\tilde{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (6.1.1)$$

Gewichteter Mittelwert: wird verwendet, um durch Mitteln der Ergebnisse mehrerer Messvorgänge, abhängig von unterschiedlichen Variablen, eine Größe zu bestimmen:

$$\bar{x} = \frac{\sum_i \frac{x_i}{\sigma_i^2}}{\sum_i \frac{1}{\sigma_i^2}} \quad (6.1.2)$$

Fehler des gewichteten Mittelwertes:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{\sum_i \frac{1}{\sigma_i^2}}} \quad (6.1.3)$$

Gesamtfehler: der Gesamtfehler ist eine Möglichkeit, den statistischen und systematischen Fehler in der Formel zu verbinden und auf einen Fehler zu berechnen; der systematische Fehler ist ein Fehler, der sich beispielsweise durch eine falsche Messkalibrierung durch einen gesamten Versuch, auch bei Wiederholung desselben Experimentes, durchzieht. Der statistische Fehler ist ein zufälliger Fehler, der durch ungenaues Ablesen oder Zufälligkeiten im Versuchsaufbau entsteht:

$$\sigma_{ges} = \sqrt{\sigma_{sys}^2 + \sigma_{stat}^2} \quad (6.1.4)$$

Fehlerfortpflanzung: die zu berechnende Größe f , die von den zu bestimmenden Größen A und B abhängt, kann um weitere Variablen C , D , E usw. ergänzt werden, wenn sich die Formel so gestaltet; die Fehler für weitere Variablen werden nach derselben Logik unter der Wurzel hinzugefügt; wurde sie verwendet, wurden die jeweiligen Größen und Ableitungen in die Formel eingesetzt:

$$\sigma_f = \sqrt{\left(\sigma_A \cdot \frac{\partial f}{\partial A}\right)^2 + \left(\sigma_B \cdot \frac{\partial f}{\partial B}\right)^2} \quad (6.1.5)$$

Lineare Regression: die Steigung m und der Achsenabschnitt b des linearen Fits werden – wenn benutzt – durch ein Skript in Python berechnet:

$$m = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad (6.1.6)$$

$$b = \frac{\sum x_i^2 \sum y_i - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad (6.1.7)$$

Fehler für die Fitwerte der linearen Regression:

$$\sigma_m^2 = \frac{n \sum (y_i - b - m x_i)^2}{(n - 2)(n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2)} \quad (6.1.8)$$

$$\sigma_b^2 = \frac{\sum x_i^2 \sum (y_i - b - m x_i)^2}{(n - 2)(n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2)} \quad (6.1.9)$$

Literatur

- [1] H. Haken and H. C. Wolf. *Atom- und Quantenphysik*. Springer, 8. edition, 2004.
- [2] Oskar Höfling. *Physik Band 2 Teil 2*. Ferd. Dummlers Verlag, 12. auflage edition, 1980.
- [3] Peter Schaaf and Jörn Große-Knetter. *Das Physikalische Praktikum, Handbuch 2023/2024 für Studentinnen und Studenten der Physik, Band II*. Universitätsverlag Göttingen, 2023.
- [4] Slashme. <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/5/53/D492045.png>, last access: 30.06.024.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Strukturformel von 1,1-Diphenyl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH) [4]	5
3.1	Genereller Aufbau des Versuchs mit den Beschriftungen und sichtbarer Verkabelung; aus [3, S. 93]	6
3.2	Verkabelung der Helmholtzspulen; Grafik aus [3, S. 95]	6
4.1	Resonanzfrequenz aufgetragen gegen das Magnetfeld der Helmholtzspule; die Steigung des linearen Fits durch die Datenpunkte dient zur Bestimmung des Landé-Faktors	8