آزمایشگاه فیزیك حالت جامد

آزمایش تشدید اسپین الکترون

اهداف آزمایش

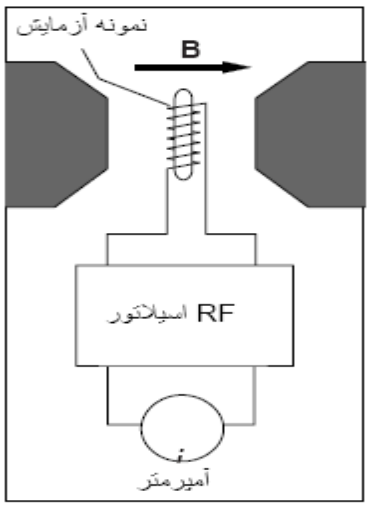
1- بررسی پدیده تشدید اسپین الکترونElectron Spin Resonance,ESR

2- اندازه گيري نسبت يا ضريب ژيرومغناطيس (gyromagnetic ratio)

3- وابستگي دامنه‌ي سيگنال و پهناي خط به فركانس تشديد

اصول آزمایش

آزمایش تشدید اسپین الکترون (ESR) بر اساس ایجاد اندرکنش اسپین الکترونهای ماده با میدان مغناطیسی اعمالی که منجر به شکافتگی ترازهای انرژی می شود و سپس ایجاد شرایط جذب انرژی با تابش امواج الکترومغناطیسی و مشاهده این جذب استوار است. نتایج این آزمایش می تواند اطلاعات ذي‌قيمتي را درباره ساختار اتمها و مولکول‌ها فراهم کند. برای این منظور ماده‌ي مورد نظر را در يك ميدان مغناطيسي که توسط عبور جریان از پیچه ها تولید می شود قرار داده و سپس با روبش میدان مغناطیسی حول یک مقدار ثابت در محیطی که تابشی با فرکانس راديويي (RF) دارد ، آنرا به وضعیتی در می آوریم تا انرژی جذب کند.بدلیل کوچک بودن اختلاف انرژی ترازها برای میدان های معمولی ، تابش مورد نیاز در حد فرکانس رادیویی است. پديده تشديد از روي تغيير امپدانس در مدار نوساني تشخيص داده مي‌شود.شکل 1 شماتیک آزمایش را نشان می دهد.



شکل1

نمونه در اين شكل درون يك سيم‌پيچ كه به اسيلاتور RF متصل است قرار دارد. اسيلاتور RF جريان متغيري را در سيم‌پيچ مذكور برقرار مي‌كند و بنابراين ميدان مغناطيسي كوچك‌تري (از ميدان مغناطيس يكنواخت DC) را در جهت عمود بر ميدان DC اعمال مي‌كند.

الكترون‌هاي آزاد درون نمونه‌ي آزمايش داراي گشتاور دوقطبي مغناطيسي μ_S هستند كه با گشتاور زاويه‌اي ذاتي‌اش، اسپين،رابطه‌ي زير را دارد

$$\mu_S = g_S \mu_B \frac{S}{\hbar} \qquad (1)$$

كه g_S مشخصه ثابتي براي الكترون است. (gyromagnetic factor) ، μ_B مگنتون بور= $\frac{e\hbar}{2m_e}$ ، S اسپين الكترون و $\hbar$ ثابت پلانك است.

گشتاور دوقطبي مغناطيسي اين الكترون با ميدان مغناطيسي DC برهم‌كنش مي‌كند. الكترون، بر اساس طبيعت كوانتومي‌اش، تنها مي‌تواند در دو جهت باشد بنابر اين در برهم كنش با ميدان ترازهای هم انرژی(در غياب ميدان) به دو تراز با تفاوت انرژی كوچک شكافته می شوند.(شبيه پديده‌ي زيمان). بنابر اين انرژی تراز هابرا بر است با B $E_0 \pm \frac{g_S \mu_B}{2}$ ، كه E_0 انرژي الكترون قبل از اعمال ميدان مغناطيسي است. بنابراين اختلاف انرژي ميان اين دو حالت جهت‌گيري برابر $g_S \mu_B B$ است كه B نيز اندازه‌ي ميدان مغناطيسي است. (رابطه‌ي $\vec{\mu} \cdot \vec{B}$ = انرژي پتانسيل دوقطبي مغناطيسي را به خاطر آوريد).

تشديد زماني رخ مي‌دهد كه اسيلاتور RF در فركانس v به نحوي تنظيم شود كه انرژي فوتون‌هاي تابشي ،hv ، برابر با اختلاف انرژی ميان دو حالت مجاز الكترون ها باشد. بنابراين الكترون‌هايي كه در حالت انرژي پايين‌تر با شند هريك مي‌توانند يك فوتون جذب كنند و به تراز بالاتر بروند.

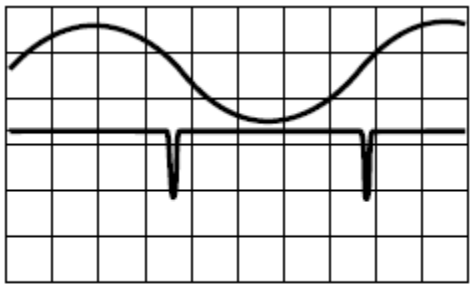
اين جذب فوتون (كه معادل كاهش شار مغناطيسي است) بر گذردهي مغناطيسي نمونه‌ي آزمايش تأثير مي‌گذارد. (منظور از گذردهي مغناطيسي يا تراوايي يا نفوذپذيري مغناطيسي همان ضريب μ در رابطه‌ي $\vec{B} = \mu(H)\vec{H}$ است. اين μ را با گشتاور مغناطيسي اشتباه نگيريد.) كه اين تأثير به نوبه‌ي خود القاي سيم‌پيچ (يا خودالقا؛ L) را تغيير داده. به بيان ديگر جذب فوتون‌ها در درون سيم پيچ، منجر به كاهش شار مغناطيسي درون آن مي‌شود و اين كاهش بر اساس رابطه‌ي $U = -\frac{d\Phi}{dt}$ ، ولتاژي را درون سيم‌پيچ القا مي‌كند. نتيجه، تغييري قابل مشاهده در جريان درون سيم‌پيچ و اسيلاتور است.

بنابراین شرط تشدید برابر است با

$$h\nu = g_S \mu_B B \qquad (2)$$

چیدمان دستگاهی

براي سـهولت اندازه گيري، ميدان مغناطيسـي ثابت باعبور جريان ثابت DC از يک پيچه مسـتقل تامين و با يك جريان AC با فركانس (60 Hz) مادوله (Modulated) مي‌شـود تا بتوان شـرايط تشـديد را كنترل كرد. در نتيجه شـدت ميدان ثابت (به‌كندي) تغيير مي‌كند و می توان اين تغييرات را با يک اسيلوسكوپ ديد. همچنين اگر اسيلوسكوپ دوكاناله باشد می توان شرايط جذب ESR در مدار RF را هم زمان مشابه شكل 2 مشاهده كنيم.



شكل2: روي صفحه اسيلوسكوپ

منحني بالايي اندازه‌ي جريان در پيچه‌هاي هلمهولتز اسـت كه متناسـب با ميدان مغناطيسـي خارجي اسـت. منحني پاييني نمايان‌گر اختلاف ولتاژ در دو سـر اسـيلاتور RF اسـت و هربار كه ميدان مغناطيسي خارجي از نقطه‌ي تشديد گذر كند، به طور ناگهاني افت مي‌كند. در اين شكل در دو زمان شـرايط تشـديد در يک سـيكل فراهم شـده اسـت. می توان با تنظيم شـيفت فاز شرايطی فراهم كرد كه در يک سيک يک جذب داشته باشيم.

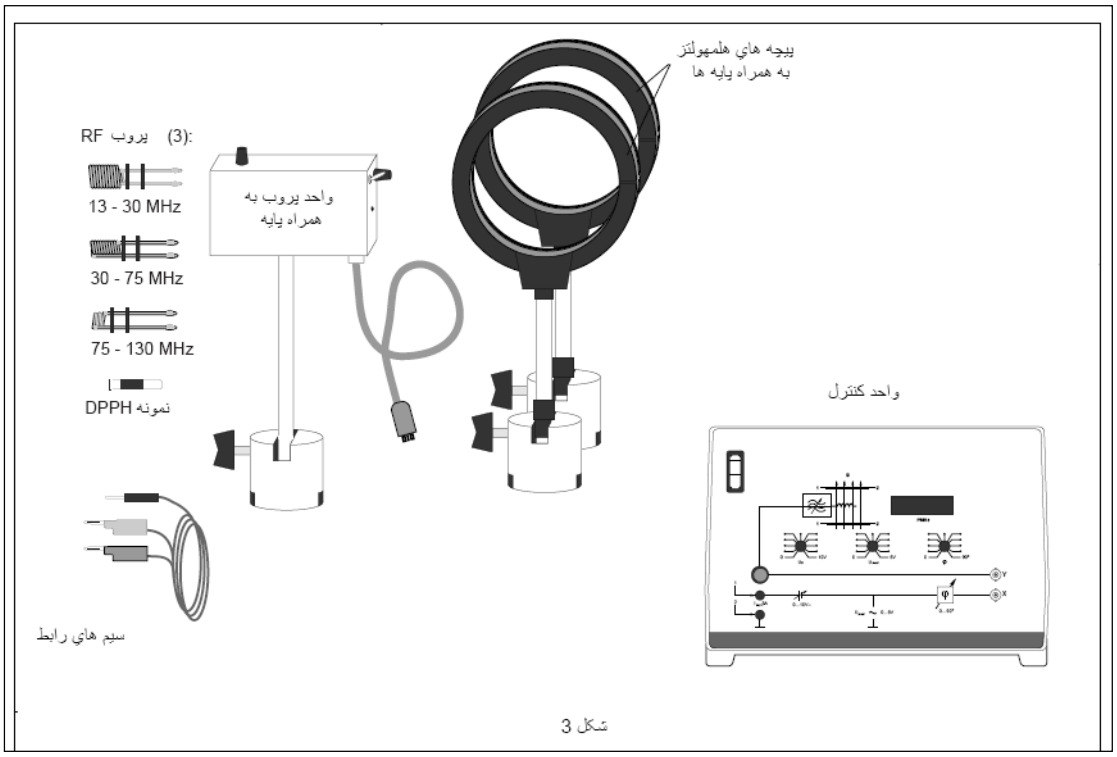
در عمل، اندازه‌گيري‌هاي مبتني بر ESR ، بسـيار پيچيده‌تر از آني اسـت كه رابطه‌ي (2) بيان مي‌كند. الكترون‌ها و پروتون‌ها، در اتم يا مولكول، محيط مغناطيسـي پيچيده‌اي را شـكل مي‌دهند كه با اعمال ميدان مغناطيسـي خارجي تأثير مي‌پذيرد. لذا شـكافتگي‌ها و جابه‌جايي‌هاي متعدد در انرژيبوجود می آيد كه هر كدام اطلاعات حساسي را درباره‌ي ساختار داخلي اتم‌ها ومولكول‌ها مي‌دهند.

نمونه‌ي آزمايشـي در اين آزمايش، حاوي DPPH (Diphenyl – Picryl – Hydrazyl) اسـت كه ماده‌اي به‌ويژه ساده براي اندازه‌گيري ESR است. در واقع مولكول اين ماده، گشتاور زاويه‌اي صفر (L=0) دارد و تنها يك الكترون جفت‌نشـده دارد. بنابراين، به ازاي مقدار مفروضـي از ميدان

مغناطيســـي خارجي، تنها يك فركانس تشـــديد منفرد دارد. اين ويژگي، تحقيق برخي از اصـــول پايه‌اي تشديد اسپيني الكترون را ممكن مي‌سازد.

معرفي اجزاي دستگاه ESR

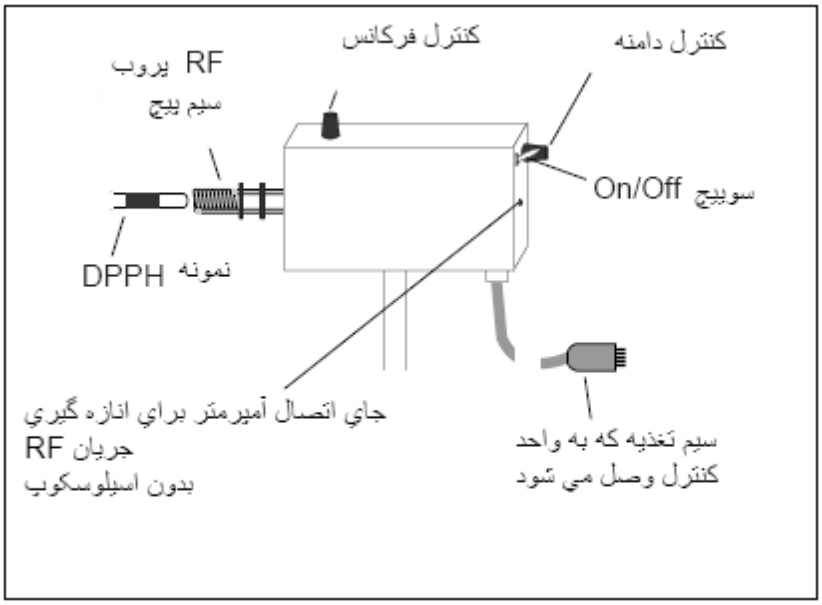
شكل 3 دستگاه و قطعات مورد نياز براى آزمايش را نشان مى دهد.



شكل 3: تجهيزات اصلي دستگاه ESR (به جز اسيلوسكوپ و آمپرمتر)

واحد پروب (probe يا كاوه)

واحد پروب (شكل 4) قلب د ستگاه ESR ا ست. اين واحد شامل ا سيلاتور RF، يك تقويت‌كننده‌ي ســيگنال كه درون آن تعبيه شــده و يك تقســيم‌كننده‌ي فركانس با نســبت 1000 به 1 اســت. اين تقسيم‌كننده فركانس ممكن مي‌سازد فركانس RF، كه در محدوده‌ي MHz است را با استفاده از يك فركانس‌سنج استاندارد، در محدوده‌ي KHz اندازه‌گيري كند.



شكل4

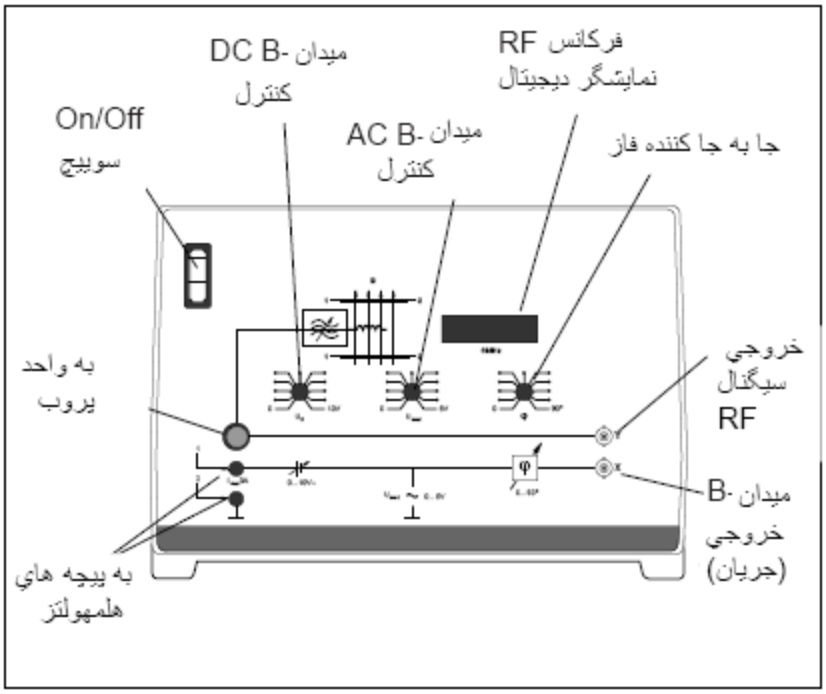
فركانس و دامنه‌ي سيگنال RF را، با استفاده از دكمه‌هاي نشان داده شده در شكل مي‌توان كنترل كرد. محدوده‌ي فركانس‌هايي را كه اسيلاتور تأمين مي‌كند به اين بستگي دارد كه كدام يك از پروب‌هاي (سيم پيچ) RF استفاده شده باشند؛ زيرا بخشي از القاي (يا خودالقا) پروب ناشي از القاي مدار اسيلاتور است كه سيم‌پيچ نيز جزئي از آن است. محدوده‌ي فركانس براي هر پروب (يا سيم‌پيچ) در شكل 3 نشان داده شده است.واحد پروب بايد توسط رابط به واحد كنترل ، كه تمامي ولتاژهاي لازم را تأمين مي‌كند، متصل شود.

واحد كنترل

واحد كنترل، اكثراً ابزارهاي لازم را، جهت به كارگيري واحد پروب، تأمين مي‌كند. صفحه‌ي كنترل جلويي در شكل 5 توضيح داده شده است. در واقع واحد كنترل سه كاركرد دارد:

1- ولتاژهاي لازم را، براي راه‌اندازي واحد پروب و پيچه‌هاي هلمهولتز، تأمين مي‌كند.

2- با يك نمايش‌گر ديجيتال مقادير فركانس‌هاي RF را كه واحد پروب توليد كرده است، نشان مي‌دهد.

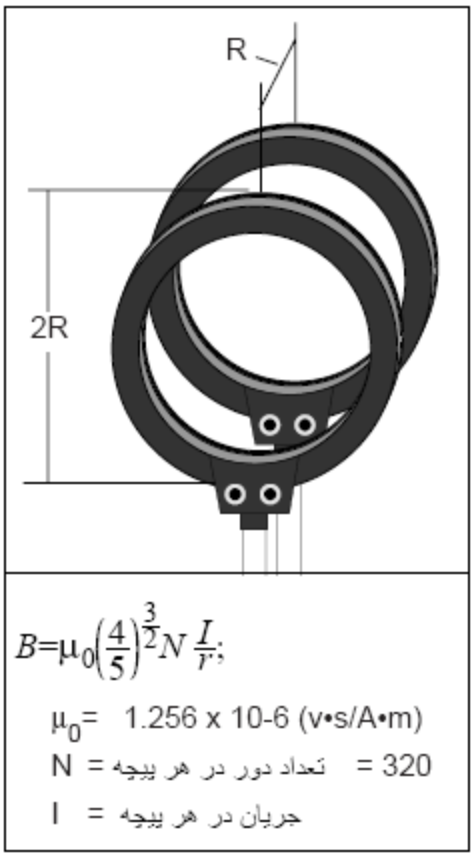


شكل5 : واحد كنترل

3- خروجي‌هاي لازم را، براي اسيلوسكوپ دوكاناله، ارائه مي‌كند. يك خروجي، متناسب با جريان در اسيلاتور RF است و براي مشاهده‌ي پالس‌هاي تشديد به‌كار مي‌رود. خروجي ديگر، متناسب با جرياني است كه پيچه‌هاي هلمهولتز را تغذيه مي‌كند و بيان‌گر ميدان مغناطيسي (خارجي) است.

توجه: يك تأخير فاز ذاتي ميان جريان در پيچه‌هاي هلمهولتز و سيگنال ولتاژي كه به اسيلوسكوپ مي‌دهيم ، وجود دارد. اين شيفت به دليل (خود) القاي پيچه‌ها است. واحد كنترل، شامل يك جابه‌جاكننده‌ي فاز است كه اجازه مي‌دهد اين تأخير جبران شود؛ تا بتوان ميدان مغناطيسي و پالس‌هاي تشديد را، به همراه رابطه‌اي مناسب ميان فازهايشان، مشاهده كرد.

پيچه‌هاي هلمهولتز



شكل6: پيچه هاي هلمهولتز

پيچه‌هاي هلمهولتز ميدان مغناطيسي بسيار يكنواختي را تأمين مي‌كنند تا نمونه، جهت اندازه گيري ESR ، تحت تأثير آن قرار بگيرد. اين پيچه‌ها بايد به طور موازي به هم متصل شوند (چه از لحاظ هندسي و چه از لحاظ الكترونيكي). به گونه‌اي كه فاصله‌ي ميانشان برابر با شعاع باشد(شكل 6). در اين حالت ميدان مغناطيسي در منطقه‌ي مركزي بين دو پيچه، بسيار يكنواخت و برابر با مقداري است كه در شكل 6 نشان داده شده است.

يكنواخت بودن ميدان بدين معنا است كه اگر محور z را در راستاي محور پيچه‌ها بگيريم $\frac{\partial B}{\partial z}=\frac{\partial^2 B}{\partial z^2}=0$؛ (براي پرداخت بيشتر به اين مسئله، رجوع كنيد به كتاب الكتروديناميك گريفيتس، ويرايش سوم، مسأله‌ي 59-5 .)

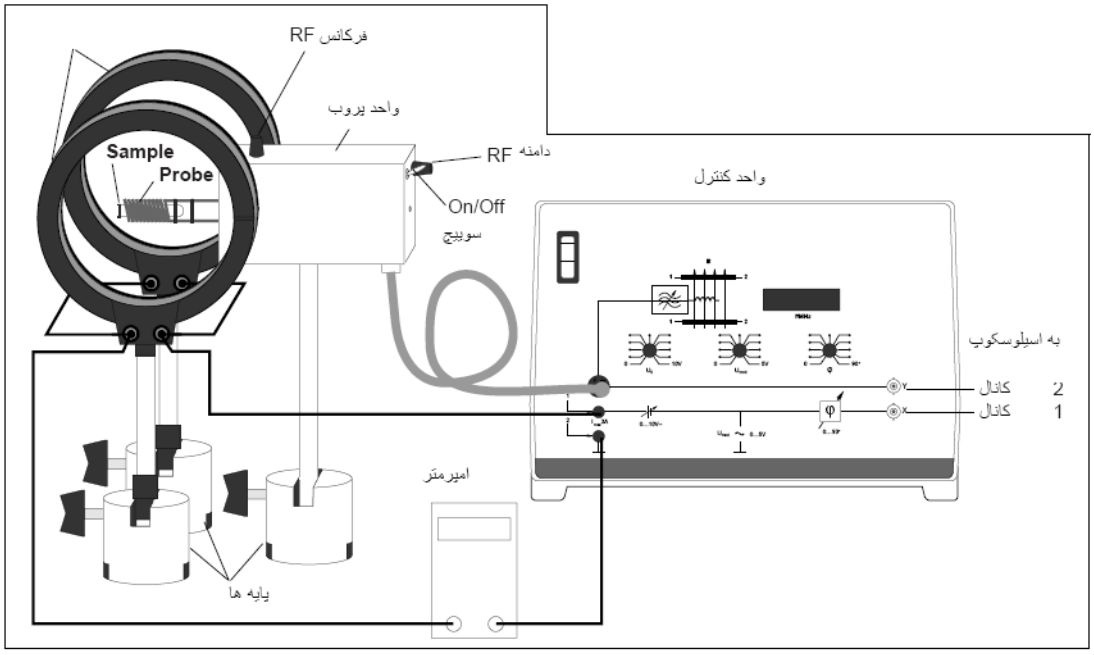
نكته مهم: جريان هر يك از پيچه‌ها نبايد بيش از 3 آمپر شود. بنابراين جريان كل نبايد بيش از 6 آمپر شود.

تنظيم دستگاه

ESR در حالت اسيلوسكوپ دو كاناله

1- همان‌طور كه در شكل 7 نشان داده شده است، پيچه‌هاي هلمهولتز را به واحد كنترل متصل كنيد(پيچه‌ها بايد به طور موازي متصل شوند). يك آمپرسنج نيز به طور سري به پيچه‌ها وصل كنيد تا جريان آن‌ها را تحت نظر بگيريد.

2- پيچه‌هاي هلمهولتز را به نحوي قرار دهيد كه موازي، روبروي هم و در يك جهت مغناطيسي (قانون دست راست) قرار بگيرند و فاصله‌ي شان تقريباً برابر با شعاعشان باشد.



شكل7: اتصال واحد پروب به واحد كنترل

نكته‌ي مهم: اجازه ندهيد جريان در هر يك از پيچه‌ها از 3 آمپر فراتر رود.

3- خروجي X واحد كنترل را به كانال 1 اسيلوسكوپ دوكاناله، متصل كنيد و تنظيم‌هاي زير را انجام دهيد:

حساسيت (sensitivity): (V/div) 2 يا 1

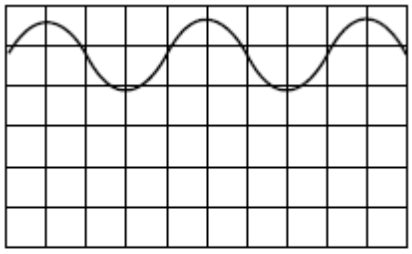
سرعت جاروب كردن صفحه (sweep Rate) : (ms/div) 5 يا 21

جفت‌شدگي (coupling): DC

4- U_{mod} را روي صفر قرار دهيد؛ (پيچ يا دكمه‌ي وسطي در واحد كنترل). سپس U_0 را (پيچ يا دكمه‌ي سمت چپ،) به آرامي از صفر تا 10 ولت تغيير دهيد و منحني اسيلوسكوپ را مشاهده كنيد. اين منحني بايد واضح و خط مستقيم باشد كه نشان‌گر مولفه‌ي DC جريان در

پيچه‌هاي هلمهولتز است. (در واقع U_0، جريان DC كه به پيچه‌هاي هلمهولتز مي‌رود را كنترل مي‌كند. سپس U_0 را دوباره روي صفر قرار دهيد.

5- U_0 را تقريباً تا ميانه‌ي مقياسش بپيچانيد. سپس U_{mod} را به طور ساعت‌گرد بچرخانيد تا مولفه‌ي AC جريان در پيچه‌هاي هلمهوتز افزايش يابد. حال منحني روي اسيلوسكوپ بايد يك موج هموار سينوسي كه متناظر با ميدان مغناطيسي AC سوار شده بر ميدان DC است،نمايش دهد. (شكل 8)



شكل8
صفحه اسيلوسكوپ
جريان در پيچه هاي هلمهولتز

6-خروجي Y واحد كنترل را به كانال 2 اسيلوسكوپ وصل كنيد. تنظيمات كانال 2 را اين گونه قرار دهيد:

حساسيت (sensitivity) : (V/div) 5. 0 يا 1

جفت‌شدگي (coupling) : DC

7- واحد پروب را به واحد كنترل وصل كنيد (همانطور كه شكل 7 نشان داده است.).

8- پروب RF ، با تعداد دور متوسط را در داخل واحد پروب تعبيه كنيد و نمونه‌ي DPPH را درون سيم‌پيچ پروب قرار دهيد.

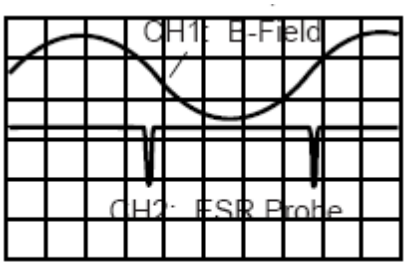
9- واحد پروب را با قرار دادن سوئيچ On/Off روي موقعيت (I) روشن كنيد. سپس پيچ كنترل دامنه را (روي واحد پروب) تا وضعيت ميانه‌اش بچرخانيد.

10- اكنون بايد فركانس‌سنج، روي واحد كنترل، فركانس نوسان‌هاي RF را نمايش دهد. پيچ كنترل فركانس را ، بر روي واحد پروب، به گونه‌اي تنظيم كنيد كه خروجي تقريباً 50 MHz را توليد كند.

11- U_{mod} را تقريباً روي چهارمين موقعيت بالاي صفر قرار دهيد. (تقريباً در موقعيت ساعت 11 !)

12- U_0 را از صفر تا مقدار مياني‌اش افزايش دهيد تا جريان در هريک ازپيچه‌هاي هلمهولتز تقريباً يك آمپر شود. حال منحني‌هاي روي اسيلوسكوپ بايد مانند شكل 9 به نظر آيند.

منحني كانال 1 جريان پيچه‌هاي هلمهولتز را نشان مي‌دهد كه متناسب با ميدان مغناطيسي (خارجي) است. منحني كانال 2 اختلاف ولتاژ دوسر اسيلاتور RF را نشان مي‌دهد كه دو پالس روي آن نمايانگر جذب تشديدي‌اند. اگر شما هيچ پالس تشديدي را نمي بينيد، به آهستگي U_{mod} يا فركانس RF را آن‌قدر كم و زياد كنيد كه پالس‌هاي مذكور را ببينيد.



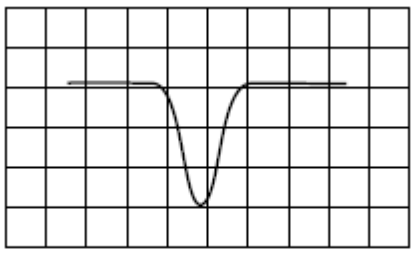
شكل9

13- منحني‌هاي شما ممكن است آن طور كه در شكل 9 است، متقارن نباشند. اين به علت (خود) القاي پيچه‌هاي هلمهولتز است كه جريان عبوري از خود را متأثر مي‌كنند و بنابراين فاز ميدان مغناطيسي توليد شده از فاز اعمالي بر پيچه‌ها وامي‌ماند. مي‌توان اين تأخير را با تنظيم φ، جابه‌جاكننده‌ي فاز (Phase Shifter) ، جبران كرد تا اين كه منحني‌ها متقارن شوند. وقتي منحني‌ها متقارن باشند، به طور صحيحي رابطه‌ي ميان ميدان مغناطيسي مادوله شده (ميدان مغناطيسي DC +ميدان مغناطيسي AC) و پالس‌هاي تشديد را باز مي‌نمايانند.

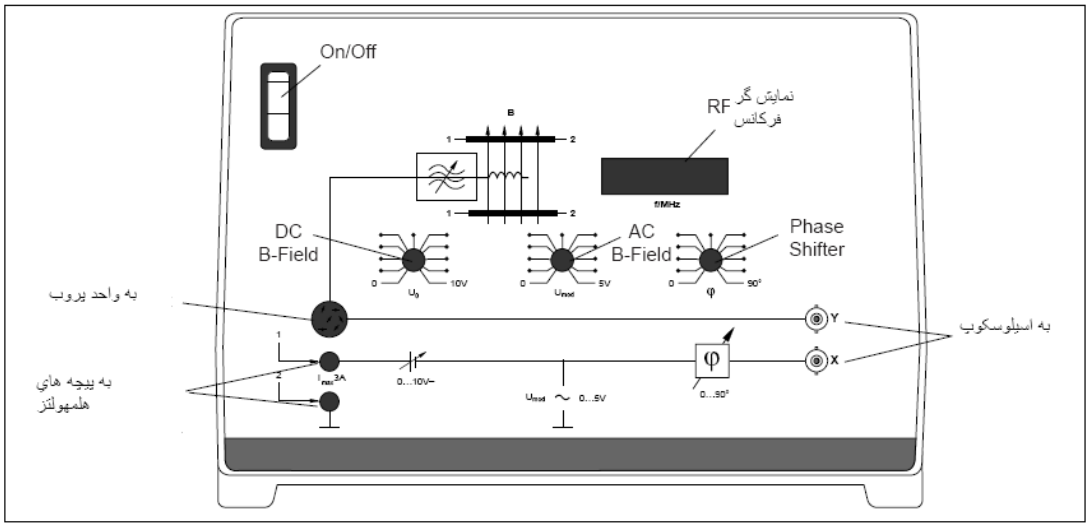
ESR در حالت X-Y اسيلوسكوپ:

اغلب ESR را در حالت X-Y مشاهده مي‌كنند. براي اين منظور خروجي‌هاي X و Y واحد كنترل را به ورودي‌هاي X و Y اسيلوسكوپ وصل كنيد. در اين حالت جابه‌جايي افقي در منحني نمايانگر اندازه‌ي ميدان مغناطيسي ميان پيچه‌هاي هلمهولتز است. جابه‌جايي عمودي بيانگر سيگنالي است كه از واحد پروب مي‌آيد.

مانند پيش دو پالس تشديد مي‌تواند مشاهده شود؛ زيرا ميدان مغناطيسي (خارجي) دوبار از مقدار صحيح، در هر دوره‌ي تناوب، مي‌گذرد. با تنظيم جابه‌جاكننده‌ي فاز (phase shifter)، دو پيك (كمينه‌ي پالس) را مي‌توان روي هم منطبق كرد. منحني حاصل همانند شكل 10 ظاهر خواهد شد.



شکل10



شکل11

آزمایش

1- دستگاه را بر طبق بخش پیش تنظیم کنید.

2- فرکانس RF و جریان DC ورودي به پیچه‌هاي هلمهولتز را آن‌قدر تغییر دهید تا پالس‌هاي تشدید را بیابید.

3- جابه‌جاکننده‌ي فاز را آن‌طور تنظیم کنید که پالس‌هاي تشـــدید نســـبت آن منحني از اسیلوسکوپ که نمایان‌گر جریان پیچه‌ها است،متقارن شود.

4- تنظیم جریان DC را به نحوي اصـلاح کنید که پالس‌هاي تشـدید وقتي رخ دهند که مولفه‌ي AC جریان، در پیچه‌هاي هلمهولتز، صفر باشد.

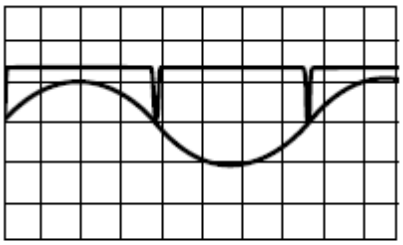
براي این کار:

الف- مطمئن شـــوید که کانال 1 اســـیلوســـکوپ (مربوط به آن منحني که جریان پیچه‌هاي هلمهولتز را نشان مي‌دهد) در حالت جفت‌شدگي (coupling) AC باشد.

ب) با به‌كارگيري كنترل‌كننده‌هاي اســـيلوســـكوپ ، ورودي كانال 1 را زمين (ground) كنيد. ســـپس منحني مربوطه را روي خط صـــفر قرار دهيد و آن‌گاه ورودي 1 را از حالت زمين خارج كنيد.

ج) حال، دوباره جريان DC را به نحو مناسب تنظيم كنيد. همان‌طور كه حتماً مي‌دانيد براي اين كار بايد به اين توجه كنيد كه چگونه پالس‌هاي تشديد به هم نزديك يا از هم دور مي شوند. با اين نكته جريان DC و، اگر نياز باشـــد، جابه‌جاكننده‌ي فاز (φ) را به نحوي همســـاز كنيد تا پالس‌ها دقيقاً وقتي جريان AC در پيچه‌ها صـفر مي‌شـود، روي دهند. (به دقيق‌ترين وجه، اين حالت وقتي صـورت خواهد پذيرفت كه موقعيت عمودي منحني مربوط به كانال 2 طوري باشـد كه پايين پالس‌هاي تشديد دقيقاً روي تراز صفر منحني كانال 1 باشد.)

با اين تنظيم‌ها، منحني‌هاي روي صفحه نمايش اسيلوسكوپ بايد مانند شكل 12 باشند. در اين وضـــعيت همه چيز مهيا براي اندازه‌گيري ESR اســـت. از آن‌جايي كه جريان پيچه‌ها به نحوي تنظيم شـده اسـت كه پالس‌هاي تشـديد وقتي روي بدهند كه جريان AC پيچه‌ها صـفر باشـند، لذا جريان در داخل پيچه‌هاي هلمهولتز، در لحظه‌ي تشـديد، دقيقاً برابر مقدار DC بيان شده توسط آمپرمتر است. فركانس تشديد را نمايش‌گر ديجيتال در واحد كنترل نشان مي‌دهد.



شكل12
صفحه اسيلوسكوپ

5- فركانس RF و جريان DC را يادداشـــت كنيد. ســـپس جريان را تغيير داده و فركانس جديد را بيابيد. اين كار را براي چندين مقدار فركانس انجام دهيد و ســـپس پروب RF را تغيير دهيد و مشاهدات را براي هر سه پروب RF انجام دهيد.

6- اندازه‌ي ميدان مغناطيســـي بين پيچه‌هاي هلمهولتز (با اســـتفاده از قانون بيوســـاوار) از رابطه‌ي زير به‌دست مي‌آيد:

$$B = \mu_0 (\frac{4}{5})^{\frac{3}{2}} N \frac{I}{r}$$

7- حال مي‌توانيد عامل g را براي الكترون نمونه‌ي DPPH با رابطه‌ي $h\nu = g_S \mu_B B$ تعيين كنيد.

خواسته‌هاي آزمايش

1- رابطه‌ي v بر حسب B را به‌دست آوريد.

2- مقداري عددي g_s را از طريق روش كمترين مربعات يا با اســـتفاده از نرم افزارهايي مانند Excel يا Table Curve به‌دست آوريد.

3- درباره‌ي عدد به‌دست آمده و تفاوتش با مقدار اصلي آن كه برابر 2/0036 است، بحث كنيد.

4- چه‌قدر ميدان مغناطيسي زمين مي‌تواند بر روي نتايج تأثيرگذار باشد؟

5- عرض منحني تشديد در حالت x-y به چيزي بستگي دارد؟

6- در صورتي كه بر ميدان مغناطيســي DC پيچه‌هاي هلمهولتز ميدان AC ســوار نكنيم، با چه تكنيكي مي‌توان اثر ESR را اندازه‌گيري كرد؟

7- اســاس كار تشــديد اســپيني هســته (NMR) را به طور خلاصــه شــرح دهيد و تفاوت‌ها و شباهت‌هاي آن را با ESR (تشديد اسپيني الكترون) در پاسخ خود ذكر كنيد.

منابع:

1- Instruction Manual (ESR APPARATUS Model SE-9636)

2- Melissonos Adrian C.; Experiment in Modern Physics, Page 374. (ويرايش قديمي)

3-Second Edition of above reference (2003), chapter 7.

4- Griffiths David J.; Introduction to Electrodynamics (Third Edition), chapter 5.

5- www.pasco.com.