

Ressonância paramagnética eletrônica

COMPROVAÇÃO DE RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA EM DPPH

- Observação da curva de ressonância de DPPH.
- Determinação de frequência de ressonância em dependência do campo magnético.
- Determinação do fator de Landé do elétron livre.

UE5030100

01/18 UD



Fig. 1: Disposição de medição

FUNDAMENTOS GERAIS

A ressonância paramagnética eletrônica (RPE) baseia na absorção de energia por materiais com elétrons sem par que se encontram em campo magnético constante externo. A energia é obtida de um campo alternado de alta frequência que é irradiado perpendicularmente ao campo constante. Se a frequência do campo alternado corresponder à frequência da ressonância, a impedância da bobina de emissão preenchida com o material se altera em ressonância, tornando visível uma variação no osciloscópio. O motivo para a absorção de ressonância é o “rebatimento” do momento magnético do elétron livre. A

frequência de ressonância depende da força do campo constante, da largura do sinal de ressonância e sua homogeneidade.

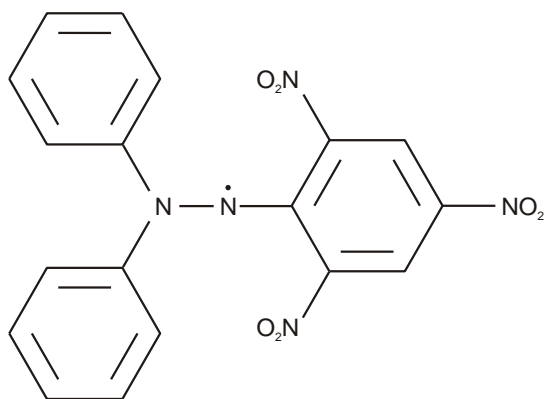


Fig. 2: Estrutura molecular de DPPH.

O momento magnético de um elétron com magnetismo puro de rotação assume, no campo magnético B , os estados discretos

$$(1) E_m = -g_J \cdot \mu_B \cdot m \cdot B, \quad m = -\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$$

$$\mu_B = 9,274 \cdot 10^{-24} \frac{\text{J}}{\text{T}} : \quad \text{Magnetron de Bohr}$$

$$g_J = 2,0023: \text{ Fator Landé}$$

A distância entre os dois níveis, portanto, é de

$$(2) \Delta E = g_J \cdot \mu_B \cdot B$$

A ressonância é atingida exatamente no momento em que a frequência f do campo alternado irradiado atende à condição

$$(3) h \cdot f = \Delta E,$$

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js} : \text{ Constante de Planck}$$

Na experiência, é comprovada a ressonância paramagnética eletrônica em difenil-picril-hidrazila (DPPH), uma ligação orgânica, cujas moléculas apresentam um elétron livre. O campo magnético constante é gerado em um par de bobinas Helmholtz e atravessado em forma de dente de serra entre o zero e o valor máximo $B_{\text{max}} = 3.5 \text{ mT}$; Então, é procurada a frequência f que ocorre na absorção da ressonância em uma determinada posição no dente de serra, ou seja, em um campo magnético pré-selecionado. Se a frequência for aumentada, a absorção da ressonância se desloca para campos magnéticos maiores.

LISTA DE APARELHOS

- | | | |
|----|---|-----------------------|
| 1 | Kit de aparelhos básicos para ESR/NMR @230V | 1000638 (U188031-230) |
| ou | | |
| 1 | Kit de aparelhos básicos para ESR/NMR @115V | 1000637 (U188031-115) |
| 1 | Conjunto complementar p. ESR | 1000640 (U188501) |
| 1 | Osciloscópio PC 2x25 MHz | 1020857 (U11830) |
| 2 | Cabo HF | 1002746 (U11255) |

MONTAGEM

- Montar a unidade de base e conectar ao console de comando conforme descrito nas instruções de utilização do kit complementar ESR 1000640.
- Conectar a saída "SIGNAL OUT" do console de comando no canal 1 do osciloscópio PC e a saída "FIELD OUT" no canal 2.
- Ajustar os parâmetros a seguir do osciloscópio PC:

Horizontal:	
Base temporal:	2 ms/div
Posição horizontal trigger:	5.000 ms
Vertical:	
CH1:	
Divisão da escala da tensão:	1 V/div DC
Posição zero:	-2.52 divs
CH2:	
Divisão da escala da tensão:	200 mV/div DC
Posição zero:	-2.52 divs
Trigger:	
Single (não Alternate)	
Fonte:	CH2
Modo:	Edge
Flanco:	Rise
Limiar:	400 mV
TrigMode:	Auto

EXECUÇÃO

- Ajustar a menor frequência no console de comando, em pode ser observado um sinal definido de absorção de ressonância (aprox. 37 MHz).
- Ajustar o seletor de sensibilidade "SENSITIVITY" de forma que a altura do sinal seja máxima.

Com ajuste ideal, observa-se uma tremulação fraca dos LEDs. Se o LED brilhar intensamente, o sinal está forte demais.

- Ler a tensão da bobina de ressonância U_R com auxílio do cursor no osciloscópio PC (Fig. 3, 4). Para tanto, selecionar o submenu "cursor" do menu principal e assinalar "canal:" com um ganchinho e selecionar "CH2". Utilizar o primeiro cursor (Y1) para a leitura, ajustar o segundo cursor (Y2) para 0,000 mV. Então, o segundo cursor corresponde à posição zero -2.52 divs de CH1 e CH2.

Observação:

Após cada alteração de parâmetros no osciloscópio PC, precisa ser colocado um ganchinho novamente em "tensão" no submenu "cursor" e "CH2" precisa ser selecionado.

- Repetir a medição para diferentes frequências entre 40 e 70 MHz em intervalos de 5 MHz e anotar as respectivas frequências ajustadas, bem como as tensões de bobina de ressonância medidas na Tab. 1.

Observação:

Em caso de frequências maiores que 45 MHz, a divisão da escala da tensão de CH1 precisa ser ajustada de 1 V/div para 500 mV/div.

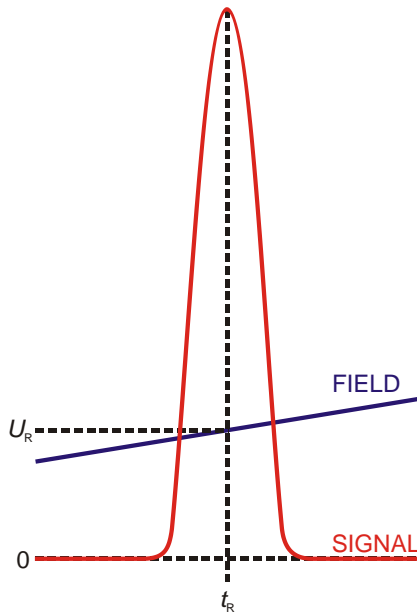


Fig. 3: Esquema para leitura da tensão de bobina de ressonância U_R a partir do oscilograma.

- A partir das tensões de bobina de ressonância U_R (Tab. 1), Calcular os campos magnéticos conforme segue:

$$(5) \quad B = 3,47 \frac{\text{mT}}{\text{V}} \cdot U_R$$

e anotar os valores na Tab. 1.

De (2) e (3), resulta a relação a seguir entre a frequência de ressonância f e o campo magnético B :

$$(6) \quad f = g_J \cdot \frac{\mu_B}{h} \cdot B = a \cdot B.$$

Então, os valores de medição estão em uma reta de origem, de cuja inclinação a pode ser determinado o fator Landé.

- Aplicar as frequências de ressonância ajustadas (Tab. 1) contra os campos magnéticos calculados a partir das tensões de bobinas de ressonância (Tab. 1) e adaptar uma reta de origem (Fig. 5).

- Determinar o fator Landé com auxílio da equação (6):

$$(7) \quad g_J = a \cdot \frac{h}{\mu_B} = 30 \cdot 10^9 \frac{1}{\text{T} \cdot \text{s}} \cdot \frac{6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}}{9,274 \cdot 10^{-24} \frac{\text{J}}{\text{T}}} = 2,1.$$

O valor confere, no âmbito de sua insegurança relativa de aprox. 5% com o valor da literatura.

EXEMPLO DE MEDIÇÃO E AVALIAÇÃO

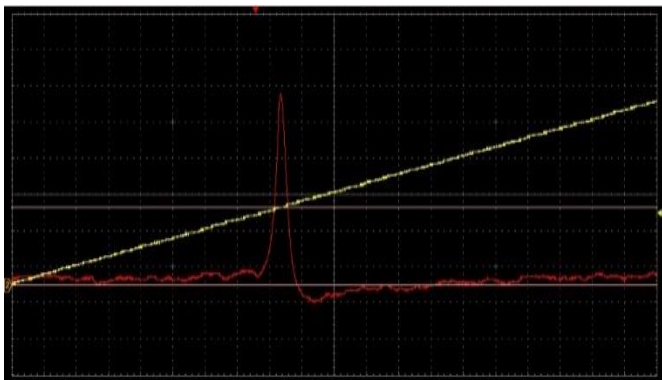


Fig. 4: Sinal de absorção (vermelho) e decurso temporal do campo magnético (amarelo) na ressonância paramagnética eletrônica em DPPH.

Tab. 1: Frequências de ressonância ajustadas f , Tensões de bobina de ressonância U_R e os daí calculados campos magnéticos B .

f / MHz	U_R / V	B / mT
37,408	0,360	1,25
40,006	0,384	1,33
44,996	0,432	1,50
49,995	0,480	1,67
55,004	0,524	1,82
59,999	0,580	2,01
65,004	0,632	2,19
70,005	0,680	2,36

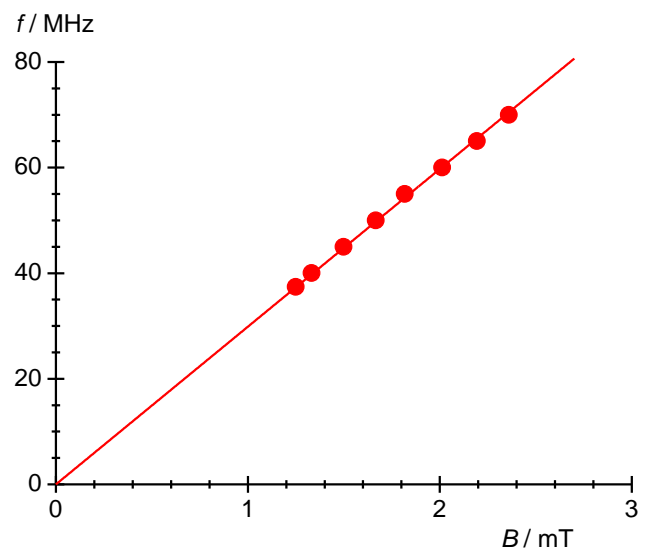


Fig. 5: Frequência de ressonância f em dependência do campo magnético B .