

Elektronspin-rezonancia

Szilárdtestfizikai laboratórium (mérési feladat leírása)
BME Fizika Tanszék, 2015. október 21.

I. Bevezetés, a mágneses rezonancia elmélete

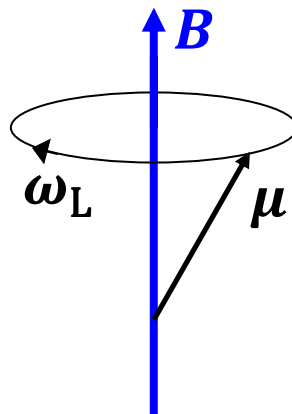
A mágneses rezonancia spektroszkópia a modern anyagszerkezet-kutatás egyik legtöbbet, legsikeresebben használt eszköze. Segítségével mikroszkopikus információt szerezhetünk az anyag elektronszerkezetéről, egyéb módon nem elérhető érzékenységgel követhetjük nyomon a mintában a kölcsönhatások (pl. kémiai kötések, kicserélődés, elektronkorrelációk), dinamikai jellemzők (pl. atomi mozgások, forgások, fluktuációk, dinamikai korrelációk), illetve állapotjelzők (pl. mágneses rendparaméter, állapotsűrűség) megjelenését vagy megváltozását. Az elektronspin-rezonancia spektroszkópia módszer a mintában található párosítatlan elektronok mágneses rezonanciájának megfigyelésén alapszik.

Azokban az anyagokban, amelyekben a részecskéknél (magoknak, elektronoknak, ionoknak) jól definiált perdülete (J) és $-J$ -vel arányos – mágneses momentuma ($\mu = \gamma J$, ahol γ a részecske ún. *giromágneses tényezője*) van, mágneses rezonanciát lehet létrehozni. A klasszikus elektrodinamika szerint egy ilyen részecskére $T = \mu \times B$ forgatónyomaték nyomaték hat, amennyiben B mágneses térbe kerül. A $\dot{J} = T$ és $\mu = \gamma J$ azonosságokat kihasználva μ (ill. J) mozgásegyenlete:

$$\dot{J} = \gamma J \times B, \text{ ill. } \dot{\mu} = \gamma \mu \times B.$$

E mozgásegyenletekből látszik, hogy

- μ (ill. J) hossza mozgásállandó,
- μ (ill. J) megváltozása mindig merőleges a B mágneses térre, azaz állandó B esetén a μ (ill. J) és B által bezárt szög mozgásállandó, így az $E_M = -\mu B$ mágneses energia is az.



1. ábra: A μ mágneses momentumú, $\gamma > 0$ giromágneses tényezőjű részecske mágneses momentuma precesszál a külső mágneses tér (B) körül. A precesszió körfrekvenciája (a Larmor-körfrekvencia, $\omega_L = \gamma B$) független a μ és B által bezárt szögtől.

Állandó $B = (0, 0, B_0)$ tér esetén a kialakuló mozgás a B körüli, $\omega_L = \gamma |B_0|$ szögsebességű precesszió (1. ábra). ω_L -et a *Larmor-körfrekvenciának* nevezzük, amely függ a részecske giromágneses tényezőjétől, függ a mágneses tér nagyságától, ugyanakkor fontos, hogy nem függ a μ (ill. J) és B által bezárt szögtől. Amennyiben e precesszió közben a fenti B -re merőleges, a mágneses momentumra e precesszióval (közel) megegyező frekvenciájú,

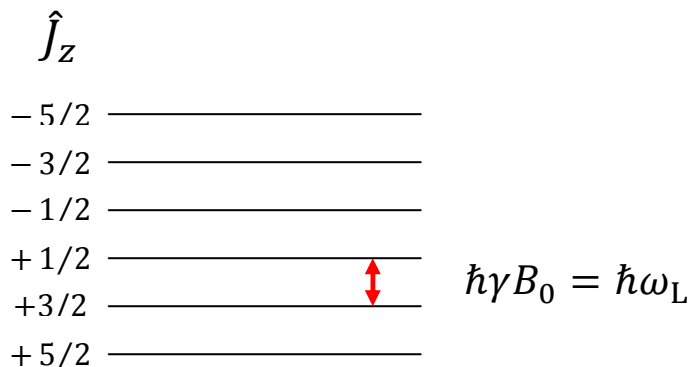
váltakozó B_1 teret kapcsolunk, változni kezd a μ (ill. J) és B által bezárt szög, ami E_M megváltozásával, azaz a besugárzó tér és a momentum közötti energiacserevel jár, ami detektálható.

Kvantummechanikában az $E_M = -\mu B$ egyenlettel analóg módon a Hamilton-operátor alakja:

$$\mathcal{H} = -\mu B = -\gamma J B = -\gamma \hbar \hat{J} B,$$

ahol \hat{J} a dimenziótlan perdületoperátor-vektor. Ismert, hogy $B = (0,0,B_0)$ esetén ennek $\mathcal{H}|m\rangle = E_m|m\rangle$ sajátállapotait az $|m\rangle$ Zeeman-nívók alkotják, amelyekre $E_m = -m\hbar\gamma B_0 = -m\hbar\omega_L$ (2. ábra). A B térre merőleges, ω körfrekvenciájú váltakozó perturbáló B_1 mágneses tér akkor tud átmeneteket gerjeszteni ezen állapotok között, amennyiben $\hbar\omega$ megegyezik a szomszédos szintek közötti energiakülönbséggel, azaz

$$\omega = \frac{-m\hbar\omega_L - [(m+1)\hbar\omega_L]}{\hbar} = \omega_L.$$



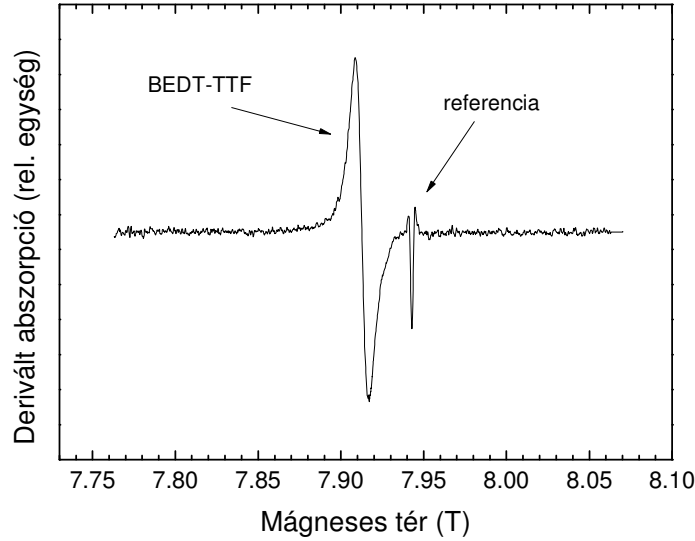
2. ábra: Egy $\hat{J} = 5/2$ perdületű, γ giromágneses tényezőjű részecske Zeeman-állapotainak nívósémája $B = (0,0,B_0)$ mágneses térben. A szomszédos nívók között rezonáns átmenetek gerjeszthetők.

Összefoglalva elmondhatjuk, hogy a klasszikus és kvantummechanika ugyanazt az eredményt adja: a részecskékre és a lokális mágneses térre jellemző frekvencián rezonáns energiacsere (elnyelés) figyelhető meg a besugárzó mágneses tér és a részecske között. E jelenség azért tudott a szerkezetvizsgálat egyik alapvető módszerévé válni, mert

- a) a rezonancia miatt nagy az érzékenysége,
- b) az azonos fajtájú (γ -jú) és azonos környezetben lévő részecskék frekvenciafüggő válasza azonos (a mágneses momentumuk pillanatnyi irányától függetlenül),
- c) a frekvencia mérésén keresztül a részecske által „érezett” (azaz effektív) mágneses tér lokálisan és nagy pontossággal mérhető, amiből a részecske környezetével vett kölcsönhatásaira lehet kvantitatívan következtetni.

II. Az elektronspin-rezonancia spektroszkópia

Az elektronok mágneses rezonanciáját elektronspin-rezonanciának (ESR-nek) nevezzük. Az ESR-t rendszerint úgy mérjük, hogy a mintát állandó frekvenciájú mikrohullámú térrel besugározzuk, miközben a mágneses tér folyamatos változtatásával állítjuk elő a rezonanciát, pontosabban keressük a rezonanciahely(ek)et. A detektálás érzékenységét lock-in erősítővel növeljük: a mágneses teret kis mértékben (tipikusan 0.01–10 mT amplitúdóval) modulálva mérjük a mikrohullámú abszorpció azonos fázisban lévő megváltozását. A mágneses tér függvényében a lock-in erősítő jelét rögzítve kapjuk az ESR spektrumot, amely tehát az abszorpció deriváltja a mágneses tér függvényében (3. ábra).



3. ábra: Egy tipikus ESR spektrum. A spektrum az abszorpció mágneses tér szerinti deriváltját ábrázolja, a spektrumot jellemző mennyiségek (i) a rezonanciatér, (ii) a vonal szélessége és (iii) intenzitása (azaz a B szerinti második integrálja). [Ezt a spektrumot egy κ -(BEDT-TTF) $_2$ Cu[N(CN) $_2$]Cl egykristály mintán vettük föl a b kristálytani iránnyal párhuzamos mágneses térben, 222.4 GHz frekvenciájú mikrohullámú besugárzás mellett. A „referencia” egy a kristály mellé helyezett, a mágneses tér kalibrálásához használt, ismert g -faktorú referenciaminta, $g_{\text{ref}} = 2.0006$.]

Nem túlságosan nagy gerjesztés esetén az x irányú $B_x(t) = \Re[B_{x0}e^{-i\omega t}]$ mikrohullámú gerjesztő térre adott válasz lineáris, és kifejezhető az $M_x(t) = \Re[M_{x0}e^{-i\omega t}] = \Re[(B_{x0}/\mu_0)\chi_{xx}(\omega)e^{-i\omega t}]$ alakban, ahol $\chi_{xx}(\omega)$ az időfüggő, azaz általánosított szuszceptibilitás-tenzor Fourier-transzformáltjának xx komponense. A legegyszerűbb esetben, amikor az ESR spektrumot egyetlen fajta spin adja, amelynek relaxációja egyetlen T_2 időállandóval leírható:

$$\chi_{xx}(\omega) = \frac{\chi_0 \omega_0 T_2}{2} \frac{T_2(\omega_0 - \omega) + i}{1 + T_2^2(\omega_0 - \omega)^2},$$

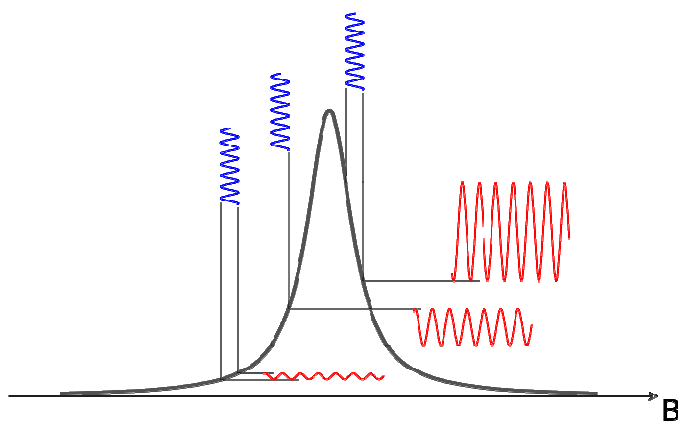
ahol χ_0 a longitudinális(!) mágneses szuszceptibilitás (azaz a statikus B_0 tér hatására kialakuló mágnesezettség válasznak a B_0 -lal párhuzamos komponense), ω a gerjesztés, ω_0 pedig a rezonancia körfrekvenciája. Kihhasználva, hogy az egy ciklus alatt abszorbeált energia $E_{2\pi} = -\int dV \oint M_x dB_x$, homogén M_x és $B_x = B_{x0} \cos(\omega t)$ esetén a V térfogatú minta által abszorbeált teljesítmény teljes ciklusra vett átlaga:

$$P(\omega) = \frac{V}{2\mu_0} B_{x0}^2 \omega \chi_{xx}''(\omega),$$

ahol $\chi''_{xx}(\omega) = \Im[\chi_{xx}(\omega)]$, ami a fenti egyszerű esetben a Lorentz-függvény:

$$\chi''_{xx}(\omega) = \frac{\chi_0 \omega_0 T_2}{2} \frac{1}{1 + T_2^2 (\omega_0 - \omega)^2} . \quad (1)$$

Amennyiben helyesen van behangolva a mikrohullámú híd (ld. később), a detektoron $\chi''_{xx}(\omega)$ -val arányos jel figyelhető meg. Mint feljebb említettük, mérés technikai okokból ritkán szokták közvetlenül a $\chi''_{xx}(\omega)$ -t rögzíteni. Ehelyett rendszerint – a mostani mérés során is – a mikrohullámú frekvencia rögzített értéke mellett B_0 folytonos változtatásával ω_0 -t hangolva vesszük föl a rezonanciá(ka)t, azaz B_0 függvényében vesszük föl a spektrumot. Ráadásul a jel/zaj viszonyt lock-in detektálással javítjuk: B_0 változtatása („sweepelés”) közben kis mértékben moduláljuk is, ráültetünk egy kis amplitúdójú, szinuszos $B_{\text{mod}}(t) = B_{\text{mod}}^0 \cos(\omega_{\text{mod}} t)$ teret, és a detektoron az e tér hatására – azzal fázisban – megjelenő szinuszos válasz amplitúdóját rögzítjük. Könnyen belátható, hogy amennyiben B_{mod}^0 kellően kicsi, és $B_{\text{mod}}(t)$ a vizsgált spinek szempontjából még statikusnak tekinthető (a mostani mérésben ez teljesül: az általunk mért minták mágneses relaxációja nagyságrendekkel gyorsabb, mint a spektrométerben használt $\omega_{\text{mod}} = 102$ kHz), akkor a spektrumaink végeredményben a $d\chi''_{xx}(B_0)/dB_0$ deriváltat fogják rögzíteni (4. ábra).



4. ábra: A mágneses teret szinuszosan modulálva (kék görbék) az abszorpció (fekete görbe) deriváltjával arányos jelet kapunk (piros görbék), amíg a moduláció nem túl nagy.

Megjegyezzük végül, hogy azokat a ritka eseteket leszámítva, amikor az alkalmazott mágneses tér jelentős fizikai változást okoz a mintában (a rezonanciafrekvencia megváltoztatásán túl), egy keskeny spektrum ($\Delta\omega \ll \omega_{\text{közép}}$) a frekvencia vagy a mágneses tér függvényében felvéve egyszerűen átskálázható a másikba: $\frac{\Delta\omega}{\omega_{\text{közép}}} = -\frac{\Delta B}{B_{\text{közép}}}$, ahol a „közép” a spektrum közepét jelenti, a Δ pedig a sweepelés közben való eltérést a spektrum közepétől.

A rezonancia helye, szélessége és intenzitása

Az (1) egyenlet tartalmazza a rezonancia három független, az alkalmazásokban gyakran vizsgált jellemzőjét: az ω_0 a jel helye (*rezonancia-körfrekvenciája*), az $1/T_2$ a jel *szélessége* (félérték-félszélessége), és a függvény integrálja a jel *intenzitása* (esetünkben ez $\chi_0 \omega_0 \pi/2$). Most megvizsgáljuk e három paraméternek a fizikai jelentését.

Könnyű belátni, hogy egy olyan testre, amelyben a tömeg és töltés eloszlása arányos egymással [azaz $q_e(r) \propto q_m(r)$], és amelynek a perdülete, ill. mágneses momentuma a saját tengelye körüli forgásából származik, $\gamma = Q/2M$, azaz az össztöltés és a teljes tömeg hányadosának fele. Ugyanez igaz az elektronra is, amennyiben a spinjétől eltekintünk, és csak a pályamozgásából adódó járulékot nézzük, azaz ekkor $\gamma_L = -e/2m$. Az elektronok

giromágneses tényezőjét gyakran az ún. *Bohr-magnetonnal* ($\mu_B = e\hbar/2m_e \approx 9.274 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$) szokták kifejezni: $\gamma_L = -\mu_B/\hbar$. Amennyiben viszont a pályától tekintünk el és csak a spin vesszük figyelembe: $\gamma_S = -g_e\mu_B/\hbar$, ahol szabad elektronra $g_e \approx 2.002\,319\,3\dots$ (10^{-12} pontossággal ismert természeti állandó). Általános esetben egy szilárdtestben vagy egy molekulában található elektronra vagy elektronok rendszerére (pl. egy ionra), ahol az elektronok kollektív viselkedését és a spin és pálya szabadsági fokok kölcsönhatását figyelembe kell venni, $\gamma = -g\mu_B/\hbar$ írható, ahol g (ill. γ) már lehet anizotrop – tenzoriális – is. (Anizotrópia esetén a fent levezetett klasszikus mozgásegyenlet természetesen érvényét veszti, a kvantummechanikai kép ugyanakkor – korrekciókkal – igaz marad.) g -t az elektron g -faktorának nevezzük, amivel az elektron mágneses momentumának az operátorát $\mu = -g\mu_B\hat{J}$ alakban írhatjuk.

A g -faktor az ESR egyik legfontosabb jellemzője, kísérletileg mérhető a $\hbar\omega_L = g\mu_B B$ rezonanciafeltétel alapján, de figyelni kell arra, hogy az elektron helyén B nem feltétlenül azonos a mintára kapcsolt mágneses térrel (pl. a lemágnesezés vagy a spinnel rendelkező atommagokkal vett, ún. *hiperfinom kölcsönhatás* miatt). Nem túl erősen kölcsönható elektronok esetében a pályajárulék kicsi, és $g \approx g_e$. Az ennek megfelelő giromágneses tényező $\gamma = \gamma_S \approx -28.0 \text{ GHz/T}$. A mérés során használt ESR spektrométerben a besugárzó mikrohullám frekvenciája 8.8–9.6 GHz, amihez ezzel a γ -val 0.31–0.34 T (3100–3400 G) rezonanciater tartozik.

Az ESR-t jellemző másik fontos mennyiség a rezonancia szélessége. Ezt több minden is befolyásolhatja, pl. (i) a Zeeman-nívók véges élettartamából (azaz a spinrelaxációból) eredő természetes kiszélesedés, (ii) a mintában lévő mágneses tér mikroszkopikus vagy makroszkopikus inhomogenitása, (iii) a momentumok egymással vett kölcsönhatása stb. A vonalak szélességének, ill. a jelek pontos alakjának részletes elemzése túlmegy ennek a gyakorlatnak a keretein.

Az ESR spektrumról könnyen leolvasható harmadik mennyiség pedig az ESR *intenzitása*, ami az abszorpció mágneses tér szerinti integrálja, azaz a (derivált) ESR spektrum tér szerinti második integrálja. Ez a mennyiség a Kramers–Kronig-relációval összefüggésbe hozható – ideális esetben arányos – a rezonanciában részt vevő elektronok statikus szuszceptibilitásával, így lehetővé válik egy összetett anyagban is egyes járulékok (pl. vezetési elektronok, szennyező ionok) szétválasztása, szuszceptibilitásának külön-külön megmérése.

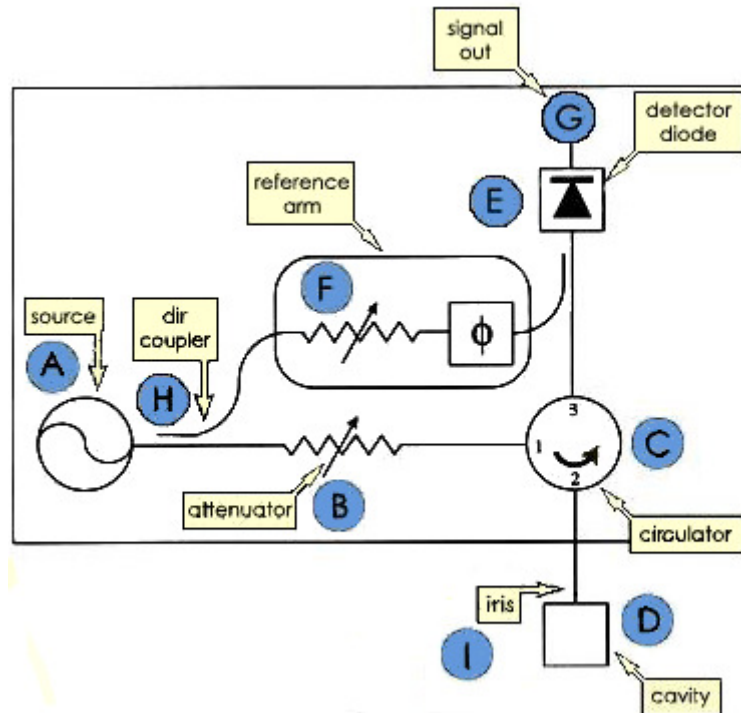
A mikrohullámú híd és a rezonátorüreg

Az ESR során a mintában megjelenő extra mikrohullámú abszorpció rendszerint kicsi, aminek detektálásához, ill. pontos megméréséhez mikrohullámú hidat és rezonátorüregget használunk. A mintát a mikrohullámú üregbe olyan helyre tesszük, ahol a váltakozó B_1 tér lehetőleg maximális, a sugárzáshoz tartozó E_1 tér pedig minimális (hogy az elektromos veszteségeket minimalizáljuk). Az ESR-re az üregben lévő abszorpció megnövekedéséből, azaz az üreg *jósági tényezőjének* lecsökkenéséből következtethetünk. Az üreg jósági tényezőjét (Q faktorát) a

$$Q = 2\pi \frac{\text{üregben tárolt elektromágneses energia}}{\text{egy periódus alatt disszipált energia}}$$

képlettel definiáljuk, és a rezonancia szélességével könnyen kapcsolatba hozható a következőképpen. Energiabetáplálás híján az üregben tárolt energia $W(t) = W_0 f(t) e^{-\omega_0 t/Q}$ szerint disszipál (kis veszteségnél $f(t)$ majdnem konstans, $2\pi/\omega_0$ szerint periodikus függvény). Az elektromos tér időfüggése ennek megfelelően kb. $E(t) = E_0 e^{-i\omega_0 t(1-\frac{i}{2Q})}$,

aminek Fourier-transzformáltja az üreg frekvenciafüggő válaszfüggvénye, amely könnyen mérhető. Az üregben kialakuló mikrohullámú tér nagysága megbecsülhető az üreg térfogatának, Q faktorának és a rá bocsátott sugárzás teljesítményének ismeretében (ld. 1. feladat). A 5. ábrán bemutatott mikrohullámú híd alkalmas arra, hogy a Q megváltozását – a rezonancia maximumának megváltozásán keresztül – nagy pontossággal mérje, a gyakorlat során használt spektrométer működése is ezen alapul.



5. ábra: A Bruker ELEXSYS E500 spektrométer mikrohullámú hídjának sematikus vázlatja. Az (A) mikrohullámú forrás által keltett sugárzást többségét a (B) *változtatható attenuátoron* és (C) *cirkulátoron* keresztül a (D) rezonátorüregbe (benne a mintára) vezetjük, ahonnan a visszaverődött fény a cirkulátoron keresztül az (E) detektorba jut. A változtatható attenuátor a ráeső sugárzás egy előre beállítható hányadát elnyelve csak a maradékot engedi tovább, a cirkulátor pedig az 1, 2, 3 pólusain érkező sugárzást rendre a 2, 3, 1 pólusain bocsátja tovább. Az üreg csatolásának erősségét a hullámvezetőhöz az üreg szájánál lévő (I) *írisszel* állíthatjuk be. A forrásból induló sugárzás egy kis részét a (H) *iránycsatolóval* leválasztjuk és az (F) referenciaágon (amely egy attenuátort és egy *fázistolót* tartalmaz) közvetlenül vezetjük az (E) detektorba. Így a detektorra a mintáról érkező, azaz az ESR információt hordozó gyenge jel és a referenciaág összege érkezik, ott ezek interferenciája jelenik meg, azaz a detektor az ESR-t a referenciahullámhoz képest fázisérzékenyen tudja mérni. A méréséhez be kell hangolni a hidat, ami azt jelenti, hogy a mikrohullámú frekvenciát az üreg rezonanciafrekvenciájához állítjuk (ez változik a beletett mintától függően), az üreg csatolását a hullámvezetőhöz pedig az írisszel pedig ún. *kritikusra*, illetve ahhoz közelire állítjuk, ami azt jelenti, hogy amikor nincs ESR, az üregről nem verődik vissza semmi, tehát nem jut semmi a detektorba ebből az ágból. Az ESR-re éppen ennek a hullámnak a megjelenéséből következtethetünk.

A Bruker ELEXSYS E500 ESR spektrométer mikrohullámú hídjának a behangolása a következő lépésekből áll:

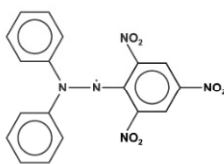
- Állítsuk a mikrohullámú hidat „Tune” módba. Kapcsoljuk le a referenciaágot.
- Állítsuk az attenuálást akkorára (kb. 30 dB), hogy az üreg rezonanciáját, ill. az ún. *beszívási görbét* egyszerre lássuk.

- c. Ha szükséges, most cseréljük ki a mintát.
- d. A frekvenciát állítsuk úgy, hogy a beszívási görbe nagyjából középen legyen.
- e. Állítsuk be a kritikus csatolást az írisszel.
- f. Kapcsoljuk vissza a referenciaágot, és változtassuk a fázisát addig, amíg a beszívási görbe nagyjából szimmetrikus nem lesz.
- g. Tegyük az attenuálást 50 dB-re.
- h. Állítsuk a mikrohullámú hidat „Operate” módba.
- i. Iteráljuk az alábbiakat a finomhangoláshoz:
 - 1. A „Lock” mutatót vigyük a frekvenciával kb. középre.
 - 2. A referenciaág fázisával maximalizáljuk a diódaáramot.
 - 3. Az attenuálás változtatásával ellenőrizzük, hogy pontosan középre, azaz 200-hoz tart-e a diódaáram, amikor a mintaágot lezárjuk, ill. hogy mennyire független a diódaáram az attenuálástól. Az előbit a „Bias” segítségével korrigáljuk, az utóbbit az írisszel.
- j. Akkor van jól hangolva a híd, ha az attenuálás 3–50 dB tartományában folyamatosan 180 és 220 között marad a diódaáram.

III. Felkészülés a laboratóriumi gyakorlatra

1. Tanuljuk meg az e mérési útmutatóban szereplő fogalmakat, definíciókat, gondoljuk át az egyes mennyiségek mértékegységét.
2. Határozzuk meg az $f(t) = \theta(t)e^{-t/T_2} \cos \omega_0 t$ függvény Fourier-transzformáltját [$\theta(t)$ a Heaviside-féle lépcsőfüggvény, T_2 és ω_0 pedig pozitív állandók], és ábrázoljuk annak valós és képzetes részét.
3. Gondolkodjunk el azon, hogy mi történik, ha a 4. ábrán a kék görbéknek megfelelő moduláció amplitúdóját a jel szélességével összemérhetőre vagy annál is nagyobbra állítjuk. Vegyük figyelembe, hogy amennyiben a detektorból származó jel (piros görbék) nem szinuszos, a lock-in erősítő akkor is az alapharmonikusának az amplitúdóját méri. (Ezt a gyakorlat elején átnézzük.)
4. Ismételjük át a következő témákat (írásban, külön-külön minden hallgató):
 - a. Téglalap keresztmetszetű hullámvezetőben terjedő fény legfontosabb tulajdonságai (határfeltételek, módusok, a TE_{10} módus jelentése, alakja, diszperziós reláció, fázis- és csoportsebesség).
 - b. A mágneses dipólus által keltett tér. Mi az a lemágnesezés? Mi a kontaktkölcsönhatás (ld. Jackson: Klasszikus elektrodinamika)?
 - c. Elektromágneses tér energiája.
 - d. Atomi elektronpályák jellemzői (pl. kvantumszámok, Hund-szabályok, spin-pálya csatolás, Landé-féle g -faktor).
 - e. Mi a hiperfinom kölcsönhatás definíciója?
 - f. Spinalgébra (léptető operátorok, hatásuk).
 - g. Curie-szuszeptibilitás, Pauli-szuszeptibilitás.
 - h. Kramers–Kronig-reláció.

IV. A gyakorlat menete, mérési feladatok



6. ábra: A DPPH (1,1-diphenyl-2-picryl-hydrazyl, $C_{18}H_{12}N_5O_6$) molekula kémiai szerkezete. Az ESR spektroszkópiában gyakran használják a két kötéssel rendelkező N atomhoz tartozó párosítatlan elektron (*szabad gyök*) jelét referenciaként. Irodalmi g -faktora: $g_{DPPH} = 2.0036$.

1. Beszámoló a mérési útmutatóból, a felkészülés anyagának bemutatása.
2. Kapcsoljuk be Bruker ELEXSYS E500 ESR spektrométert, azonosítsuk főbb részeit. Keressük meg a mikrohullámú üreg rezonanciáját. Hangoljuk be a mikrohullámú hidat. Mérjük meg hozzávetőlegesen az üreg jósági tényezőjét, és becsüljük meg a mintára jutó mikrohullámú mágneses tér nagyságát.
3. Vegyük föl a szerves, szabadgyököt tartalmazó DPPH minta (ld. a 6. ábrát) ESR spektrumát 1 mW mikrohullámú teljesítmény mellett. Használjuk az 1. mintát.
4. Optimalizáljuk a lock-in fázisát.
5. Vegyük föl a mágneses tér modulációs amplitúdójának függvényében a DPPH spektrumát, és ennek segítségével kalibráljuk a modulációs amplitúdó skáláját. Határozzuk meg a DPPH mintához ideális modulációs amplitúdót, vegyük föl a spektrumát így is.
6. Mérjük meg a mikrohullámú teljesítmény függvényében a jel intenzitását (200, 100, 30, 10, 3, 1, 0.3, 0.1, 0.03, 0.01 mW).
7. Vizsgáljuk meg, hogy a lock-in időállandójától hogyan függ a spektrum. Számítsuk ki a jel/zaj arányt az időállandó függvényében.
8. Optimalizáljuk a felvétel paramétereit. Határozzuk meg a minta g -faktorát, és vessük össze az irodalmi értékkel. Mérjük meg a minta vonalszélességét.
9. Vegyük föl az előzőekben használtakhoz hasonló beállításokkal az üres rezonátorüreg ESR spektrumát (a „háttér”). Vegyük föl a háttér nagyobb teljesítménnyel és modulációval is, azután szélesebb tartományban is.
10. Az ismert tömegű DPPH referencia (2. minta) használatával határozzuk meg, hogy az első DPPH mintának mennyi a tömege, illetve hogy hány spin tartalmaz.
11. Vegyük föl a $C_{59}N:C_{60}$ minta ESR-jét, és értelmezzük a spektrumot a gyakorlatvezető – és az ajánlott irodalom – segítségével.
12. Optimalizáljuk a spektrométer beállításait az adott mintához. Vizsgáljuk kvalitatívan a telítődést.
13. Határozzuk meg a mintában különféle helyen, ill. állapotban előforduló szabad spinek g -faktorait (kétféle van!) a DPPH-t referenciaként használva. Hogyan lehetne ezt az eljárást pontosítani?
14. Határozzuk meg a kétféle spin darabszámát a $C_{59}N:C_{60}$ mintában. (Figyeljünk, hogy ne legyen telítődés!)

A jegyzőkönyv speciális követelménye:

Minden ábrázolt, illetve kiértékelt görbéhez kötelező megadni (akár a függelékben), hogy mi az eredeti spektrumot tartalmazó file neve.

Ajánlott irodalom

C. P. Slichter: *Principles of Magnetic Resonance, 3rd Enlarged and Updated Edition* (Springer-Verlag, Berlin, 1992).

C. P. Poole: *Electron Spin Resonance – A Comprehensive Treatise on Experimental Techniques* (Interscience Publishers, New York, 1967).

F. Fülöp, A. Rockenbauer, F. Simon, S. Pekker, L. Korecz, S. Garaj and A. Jánosy: *Azafullerene C₅₉N, a stable free radical substituent in crystalline C₆₀*, Chem. Phys. Lett. **334**, 233 (2001).

A. Rockenbauer, G. Csányi, F. Fülöp, S. Garaj, L. Korecz, R. Lukács, F. Simon, L. Forró, S. Pekker, and A. Jánosy: *Electron Delocalization and Dimerization in Solid C₅₉N Doped C₆₀ Fullerene*, Phys. Rev. Lett. 94, 066603 (2005).