

Fortgeschrittenenpraktikum TU Darmstadt

Versuch „Mikrowellenspektroskopie“

Eberhard Jakobi, Matrikelnummer:0000000

eberhardjakobi@web.de

Praktikumspartner: Christian Kothe

Betreuer: Dr. Schäfer

20. Januar 2003

Die hier veröffentlichte Fassung des Praktikumsberichtes wurde in einer anderen Fassung testiert. Diese Fassung unterscheidet sich durch Hinzunahme von Korrekturen bzw. Kommentaren seitens des Versuchsbetreuers in der testierten Fassung der Ausarbeitung. Diese Änderungen sind zur Kenntlichmachung in **rot** gehalten.

INHALTSVERZEICHNIS

INHALTSVERZEICHNIS	2
ZIELSETZUNG DES VERSUCHS	3
GRUNDLAGEN	3
Hohlleiter	3
Aufgaben zur Vorbereitung	3
Superposition zweier linear polarisierter, ebener Wellen	3
Feldlinienbild	4
Elektronenfahrplan	4
MESSUNG UND AUSWERTUNG	6
Durchstimmen des Reflexklystrons	6
Hohlleiterwellenlänge und Resonatorfrequenz	7
Güte-Bestimmung	7
Messung des DPPH	7
ESR-Messung von in Wasser gelösten $MnCl_2$	8
Kritische Würdigung	8

ZIELSETZUNG DES VERSUCHS

In diesem Versuch wird die Erzeugung von Mikrowellen im 10 GHz-Bereich (X-Band) mit einem Reflexklystron und die Ausbreitung von Mikrowellen in rechteckigen Hohlleitern behandelt. Die Wirkungsweise wird durch eine einfache spektrometrische Anwendung veranschaulicht. Im Resonanzexperiment wird die Absorption einer Probe gemessen und damit einzelne Eigenschaften der Probe nachgewiesen.

GRUNDLAGEN

Hohlleiter

Mikrowellen lassen sich in sog. Hohlleitern transportieren. Die metallischen Röhren (Querschnitt meist rund oder rechteckig) müssen an den Wänden die Maxwellgleichungen erfüllen. Man unterscheidet bei der Ausbreitung der Wellen zwischen TE- und TM-Wellen (transversale elektrische bzw. transversale magnetische Wellen). Hohlleiter lassen sich durch zwei Indizes charakterisieren, Resonatoren durch drei. Bei den Leiter existieren nämlich zwei charakteristische Längen, beim Resonator drei, für welche sich der Mode (Zahl der Halbwellen auf charakteristischer Länge) der Schwingung angeben lässt.

Aufgaben zur Vorbereitung

Superposition zweier linear polarisierter, ebener Wellen

Zwei Wellen gleicher Frequenz mit zwei Ausbreitungsrichtungen \mathbf{k}_1 und \mathbf{k}_2 ($i=1,2$), deren elektrisches Feld in Richtung der y -Achse schwingt, sind gegeben durch (TE-Wellen)

$$\underline{E}_i = E \underline{e}_y \cos(\underline{k}_i \cdot \underline{r} - \omega t), \underline{B}_i = \frac{1}{\omega} \underline{k}_i \times \underline{E}_i.$$

Mit den Additionstheoremen für Winkelfunktionen vereinfacht sich die Summe wie folgt:

$$\begin{aligned} \underline{E}_1 + \underline{E}_2 &= \underline{E} = 2E \underline{e}_y \cos(k_z z) \cos(k_x x - \omega t) \\ \underline{B}_1 + \underline{B}_2 &= \underline{B} = \frac{2E}{\omega} [k_x \underline{e}_z \cos(k_z z) \cos(k_x x - \omega t) + k_z \underline{e}_x \sin(k_z z) \sin(k_x x - \omega t)] \end{aligned}$$

Die Phasengeschwindigkeit lässt sich damit mit

$$v_{ph} = \frac{\omega}{k_x}$$

angeben. Für TM-Wellen lässt sich ein ähnlicher Ansatz in vergleichbarer Art durchrechnen.

$$\underline{k}^2 = \frac{\omega^2}{c^2} \Rightarrow k_x^2 = \frac{\omega^2}{c^2} - k_y^2 - k_z^2.$$

Mit dem Ansatz einer Telegraphengleichung erhält man die Dispersionsrelation

Da an der Wand das Feld verschwinden muß, verbleiben nur bestimmte Eigenwerte und k_x ergibt sich zu

Erkennbar ist, dass k_x imaginär werden kann, d.h. in der Wellenfunktion entsteht ein zusätzlicher Dämpfungsterm, der verhindert, dass die Welle weitergeleitet wird. Hieraus ergibt sich eine

$$k_x = \sqrt{\frac{\omega^2}{c^2} - \frac{n_1 \pi^2}{a_1^2} - \frac{n_2 \pi^2}{a_2^2}}.$$

Grenzfrequenz.

Die Grenzwellenlängen berechnen sich damit gemäß Literatur zu

$$\frac{1}{\lambda_G^2} = \left(\frac{n_1}{2a_1} \right)^2 + \left(\frac{n_2}{2a_2} \right)^2$$

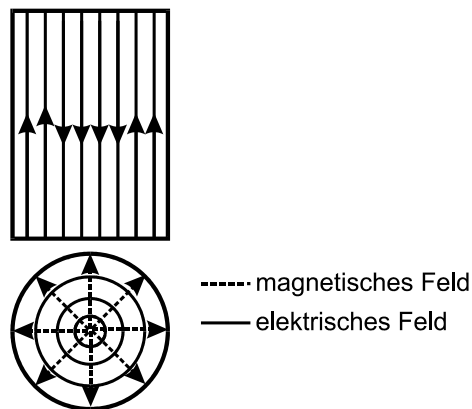
Baut man einen Hohlleiter so, dass die zu übertragende Wellenlänge, gerade zwischen der längsten und nächstkürzeren Grenzwellenlänge liegt, so kann nur die Grundwellenlänge (Wellenmodus mit längster Grenzwellenlänge) auftreten.

Hieraus ergibt sich der Zusammenhang zwischen Hohlleiterwellenlänge, Grenzwellenlänge und Raumwellenlänge

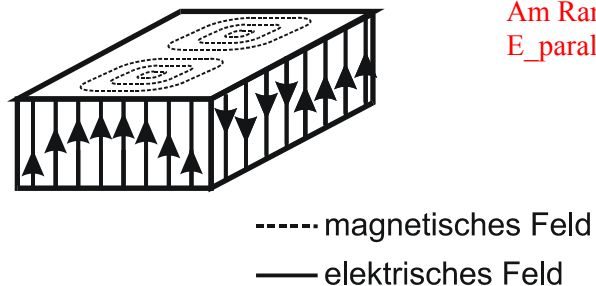
$$\frac{\lambda_H}{\lambda} = \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{\lambda}{\lambda_{Gr}}\right)^2}}$$

Feldlinienbild

Zylindrischer Hohlraumresonator im H_{011} -Mode

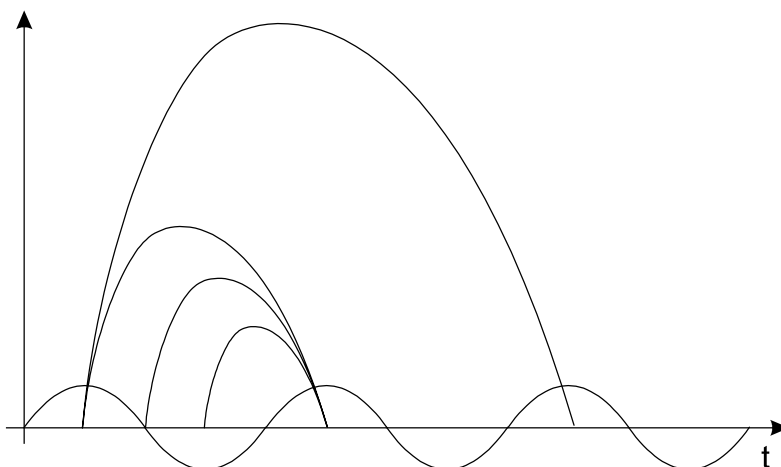


Rechteckresonator im H_{102} -Mode



Am Rand ist
 $E_{parallel} = 0$

Elektronenfahrplan



Im Reflexklystron werden geschwindigkeitsmodulierte Elektronen (durch Wechselspannung, thermische Schwankungen etc.) je nach Phase beschleunigt oder abgebremst. Die schnelleren Elektronen laufen tiefer in das Reflexionsfeld hinein, legen also einen längeren Weg zurück als die verlangsamteten. Auf diese Weise wird aus dem geschwindigkeitsmodulierten Strahl ein dichtemodulierter. Laufen die Elektronen in der Bremsphase des Resonators in selbigen ein, so geben sie ihre Energie an der Resonator ab und regen damit die Schwingung an. Elektronen, die nach einer

viertel Periode den Resonator verlassen, werden zusätzlich beschleunigt, die Elektronen, die den Resonator bei $3/4 T$ den Resonator verlassen werden abgebremst. Diese Argumentation lässt sich ebenso für Elektronen fortsetzen, die mehrere Schwingungsperioden im Resonator verbringen. Es ergibt sich dann ein $n \neq 0$. Es ergibt sich hierbei, dass die Elektronen immer bei $\omega t = 2\pi(n+3/4)$ auf das Feld aufsetzen (siehe Grafik).

MESSUNG UND AUSWERTUNG

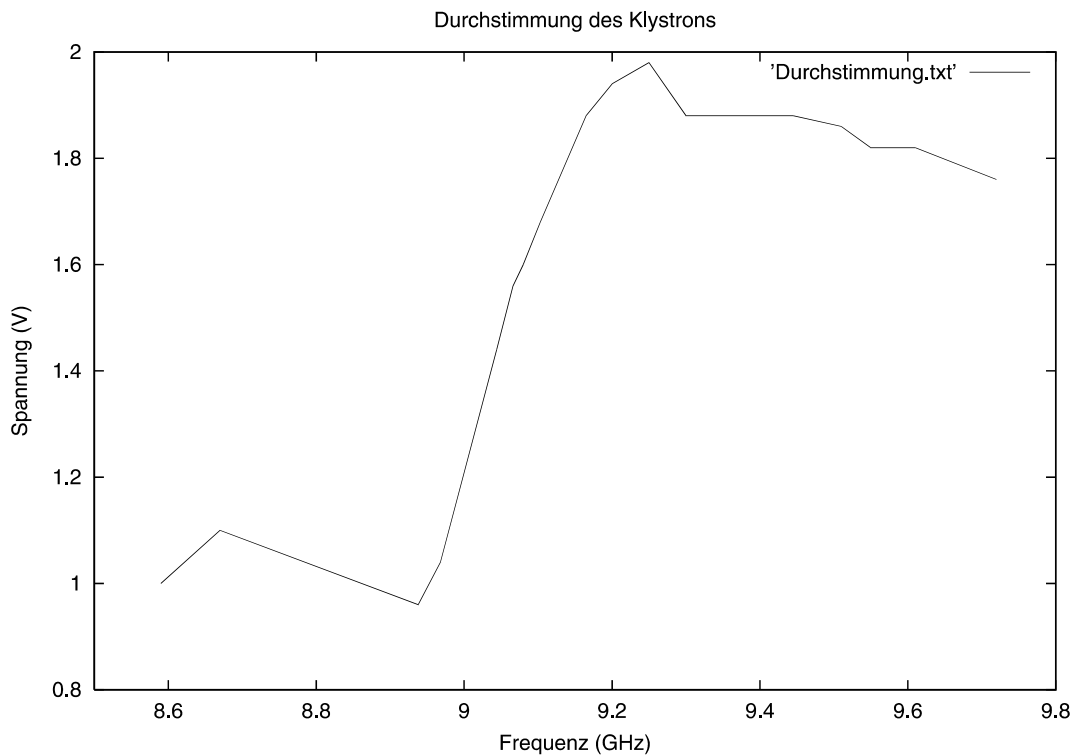
Durchstimmen des Reflexklystrons

Durch eine Schraube am Resonator ließ sich dessen Eigenfrequenz in geringem Maß regulieren. Dies veränderte auf einfache Weise die Geometrie des Hohlraums und damit dessen Eigenfrequenzen. Die Eigenfrequenz ließ sich durch einen Rundresonator recht genau bestimmen. Am Oszilloskop ließ sich dann eine Peak-Spannung ablesen.

<i>Frequenz (GHz)</i>	<i>Spannung (V)</i>
8,590	1,00
8,670	1,10
8,938	0,96
8,968	1,04
9,044	1,44
9,066	1,56
9,080	1,60
9,103	1,68
9,165	1,88
9,200	1,94
9,250	1,98
9,300	1,98
9,300	1,88
9,445	1,88
9,510	1,86
9,550	1,82
9,610	1,82
9,720	1,76

Die Güte dieser Messung war nicht besonders gut, deshalb wurden nach dem Chauvenet-Kriterium zwei Meßwerte ausgesondert (vgl. Meßprotokoll).

Es ergibt sich folgendes Diagramm, in welchem man einen Peak bei ca. 9,25 GHz ablesen kann



Hohlleiterwellenlänge und Resonatorfrequenz

Die Hohlleiterwellenlänge ergibt sich zu

$$\lambda_{Gr} = 2 \cdot a = 1,8 \text{ inch} = 45,72 \text{ mm}.$$

Durch Variation des Reflexionschiebers konnte die Lauflänge des Signals um ein komplette Periode verlängert werden. Mit den Daten $d_1 = 14,45 \text{ mm}$ und $d_2 = 35,76 \text{ mm}$ ergibt sich ein Differenz der Lauflänge im Hohlleiter von $\lambda_H = 2 (d_2 - d_1) = 42,62 \text{ mm}$. Hieraus ergibt sich durch Umstellen die Wellenlänge

$$\Rightarrow \lambda = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{\lambda_H^2} + \frac{1}{\lambda_{Gr}^2}}} = 31,1 \text{ mm}$$

und hieraus

$$f = \frac{c}{\lambda} = 9,6230163 \text{ GHz}.$$

Dieses Ergebnis stimmt sehr gut mit der Messung durch manuelle Abstimmung des Rundresonators überein, mit dem ein $f = 9,6225 \text{ GHz}$ erhalten werden konnte. Dessen Fehler ist kleiner 0,1 %, was mit dem erhaltenen Ergebnis vereinbar ist.

Güte-Bestimmung

Die belastete Güte des Resonators ist nach Anleitungsblatt gegeben durch

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_1}.$$

Im Fall kritischer Ankopplung des Resonators ist $Q_0 = Q_1$.

Es kann gezeigt werden, dass $Q_L = f_0 / \Delta f$, wobei f die Resonanzfrequenz ist und Δf der Frequenzabstand ist, bei der der Hohlraum nur noch die Hälfte der Mikrowellenleistung absorbiert. Die im betrachtete Meßgröße ist aber die Spannung

$$U_{Diode} \propto \sqrt{P_{Mikrowelle}}.$$

Somit muß die Spannung an der Stelle $1/\sqrt{2} \approx 0,707$ betrachtet werden. Die Abschätzung der Frequenzen, für welche diese Bedingung zutrifft, konnte nur am Oszilloskop erfolgen. Dies war nicht besonders genau, genügt einer groben Abschätzung aber vollauf

$$\left. \begin{array}{l} f^+ = 9,625 \text{ GHz} \\ f^- = 9,620 \text{ GHz} \end{array} \right\} \rightarrow \Delta f \approx 5 \text{ MHz}.$$

Es ergibt sich hiermit die Oszillatorgüte zu

$$Q_L = \frac{f}{\Delta f} \approx 1920 \Rightarrow Q_0 = 3840.$$

Diese doch sehr grobe Abschätzung liefert ein gutes Ergebnis. Der tatsächliche Wert beträgt hier 6000. Zum Vergleich: der Rundresonator hat eine Güte von 20.000.

Messung des DPPH

DPPH ist als erste zu untersuchende Substanz sehr gut geeignet, da ein Elektron des enthaltenen Stickstoffs nicht als Bindungselektron fungiert, ein freies Radikal existiert. Es ist damit das einzige quasi-freie Elektron des Stoffs. Hiermit lassen sich Messungen machen zur Untersuchung von Elektronen. Damit lässt sich z.B. Landé-Faktor für freie Elektronen bestimmen. Zu diesem Zweck wurde ein Magnetfeld angelegt, dass kontinuierlich hochgefahren wurde und eine Resonanzkurve ausgemessen. Der Peak der Resonanzkurve ist an der Stelle, bei dem das Magnetfeld exakt so eingestellt ist, dass die Resonanzfrequenz des Spektroskops Übergänge in der Feinstruktur erzwingt

$$W_{m_s} - W_{m_{s-1}} = g \cdot \mu_B \cdot H_z = h \nu.$$

Notwendig für die Kenntnis des Magnetfelds ist der Zusammenhang zwischen Strom im Magneten und Magnetfeld, der durch eine Eichkurve gegeben ist. Um das Magnetfeld genau wiedergeben zu können wurde ein allgemeiner Potenzansatz mit 6 Unbekannten gewählt und an die Hysteresekurve angefügt. Per definitionem ist der Fehler des Ansatzes (sechs Messpunkte, siehe Meßprotokoll) damit null, was ein χ^2 -Test zeigte. Somit ergibt sich der g-Faktor zu

	Strom (mA)	Feld (Gauss)	g
Peak	524,19	3314,3310	2,07389
Peak ⁺	524,23	3314,8571	2,07356
Peak ⁻	524,15	3314,0940	2,07404

Eichfehler von H \approx 3%

Die Abweichung vom Literaturwert ist deutlich, aber noch kleiner als 4 % und von daher akzeptabel. Erkennbar ist, dass der angenommene Ablesefehler (Strom) im Resonanzgraphen (- / + -Wert) nicht der Grund für die Abweichung ist. Es ist anzunehmen, dass noch weitere nicht beachtete Fehlerquellen Einfluss haben. Denkbar wäre eine nicht mehr aktuelle Eichkurve, das Strommeßgerät könnte fehlerbehaftet sein etc.

ESR-Messung von in Wasser gelösten MnCl₂

Zur Messung des Kernspins von Mn²⁺ wurde in Wasser gelöstes MnCl₂ verwendet. Hierzu wurde ein anderer Resonator und ein Lock-In-Verstärker verwendet. Die Resonanzfrequenz änderte sich auf f = 9,413 GHz. Das anliegende, statische Magnetfeld wurde zusätzlich mit 125 kHz moduliert. Der Lock-In-Verstärker verstärkt das Signal der HF-Diode schmalbandig und phasenempfindlich gleichgerichtet. Die Gleichspannung wird auf den Schreiber ausgegeben, man erhält die erste Ableitung der Resonanzkurve. Die Resonanzpeaks entsprechen damit den Nullstellen der gezeichneten Funktion (Vorzeichenwechsel + nach -). Es wurden zwei Messungen durchgeführt mit unterschiedlichen Zeitkonstanten, die erste mit t_{Konst} = 0,1 s die zweite mit t_{Konst} = 0,3 s was ein rauschfreieres Ergebnis zur Folge haben sollte, was aber nicht nachvollziehbar war. Die zweite aufgenommene Kurve ist erkennbar unsteter.

Unter Beachtung dieser Aspekte sind sechs Resonanzpeaks im Spektrum erkennbar. Dies lässt darauf schließen, dass der Mangan-Kernspin

$$I_{\text{Mangan}} = \frac{5}{2}$$

ist. Damit ergeben sich 6 Einstellmöglichkeiten für den Kernspin (2I+1), welche für die sechs Resonanzpeaks verantwortlich sind.

Im Periodensystem lässt sich ablesen, dass sich auf der äußersten Schale des Mangans fünf Elektronen befinden. Es ergibt sich damit ein Gesamtspin der Elektronen von 5/2.

Kritische Würdigung

Die Messung der Resonanzen gelang recht gut, auch war die Gütebestimmung wider Erwarten recht erfolgreich. Bei der Bestimmung des gyromagnetischen Verhältnisses eines freien Elektrons ist der Wert etwas weiter vom Literaturwert entfernt als die Fehlerschranken zulassen. Man kann annehmen, dass verschiedene nicht beachtete Fehlerfaktoren hier relevant sind.