

Physique

Chimie · Biologie

Technique



P66-2
Dec. 1
LEYBOLD DIDACTIC GMBH

5/89 -Kr-Brs- -

ENSPE 98/09

ENS-LYON

Mode d'emploi

514 55/56/57

Appareil de base RSE (tête d'échantillonnage)
Adaptateur RSE
Alimentation RSE

L'appareil de base RSE est utilisé pour les essais de la résonance du spin des électrons pour lesquels l'alimentation RSE fournit toutes les tensions nécessaires et indique encore la fréquence du circuit résonnant en numérique.

L'adaptateur RSE remplace l'alimentation RSE quand d'autres appareils d'alimentation et un compteur numérique sont utilisés.

Principe de mesure:

Un système de spin des électrons paramagnétique - un échantillon de DIPHENYL-PICRYL-HYDRAZYL (DPPH) - dans la bobine d'un circuit résonnant haute fréquence absorbe, en cas de résonance, une énergie haute fréquence dans un champ magnétique continu alors que l'impédance du circuit résonnant change. La variation de l'impédance provoquée périodiquement par la modulation du champ magnétique continu peut être enregistrée sur oscilloscope.

Exemples d'essais:

- o Preuve de la résonance du spin des électrons
- o Fréquence de résonance en fonction du champ magnétique (linéarité de l'interaction Zeeman)
- o Détermination du rapport gyromagnétique et du facteur g
- o Largeur des raies
- o Amplitude du signal en fonction de la fréquence de résonance

Référence: descriptions des essais 514 55/56/57
(en préparation)

1 Sécurité

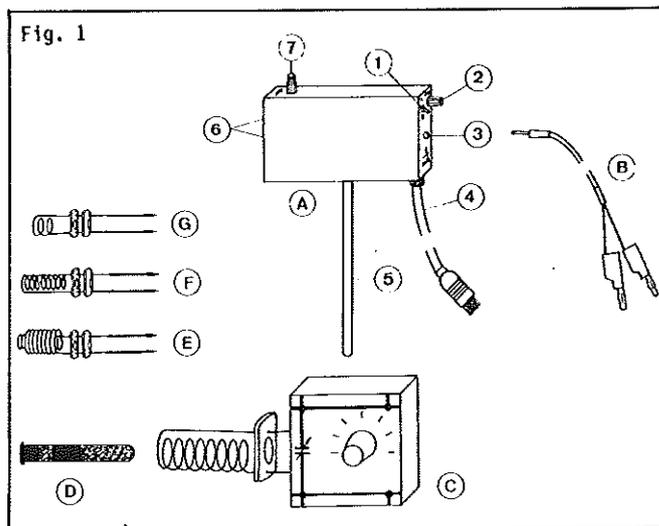
- o Adaptation de l'alimentation RSE quand la tension du réseau diverge de 220 V ~ (voir le paragraphe 4.2).
- o La sortie 19 de l'alimentation RSE (alimentation magnétique) n'est pas protégée contre les surcharges! prise de courant maximale 3 A!

2 Etendue des fournitures, description, caractéristiques techniques

2.1 Appareil de base RSE 514 55 (tête d'échantillonnage)

Etendue des fournitures:

- (A) Tête d'échantillonnage RSE avec démultiplicateur de fréquence 1000: 1 et amplificateur de signaux
- (B) Câble de mesure, pour utiliser l'appareil comme un oscillateur à crevasse de grille
- (C) Circuit résonnant électrique, passif, (pour étudier la fréquence de résonance en fonction du champ magnétique)
- (D) Echantillon DPPH
- (E, F, G) Bobines enfichables pour différentes gammes de fréquences



Eléments de commande:

- ① Interrupteur marche/arrêt
- ② Potentiomètre de réglage de l'amplitude HF
- ③ Prise de branchement du câble de mesure (B)
- ④ Câble multiple pour la ligne d'alimentation et de signalisation
- ⑤ Tige-support
- ⑥ Prises pour le branchement des bobines enfichables HF
- ⑦ Condensateur variable pour le réglage de la fréquence

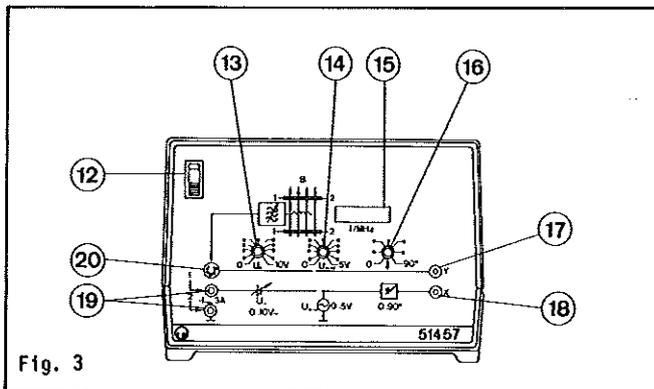
1/4

Caractéristiques techniques:

Alimentation: ± 12 V/175 mA
 Gamme de fréquences: avec bobine enfichable (E)
 13-30 MHz env.
 avec bobine enfichable (F)
 30-75 MHz env.
 avec bobine enfichable (G)
 75-130 MHz env.
 Tension sur la bobine HF: env. $6 V_{cc}$ à 13 MHz pour une amplitude maximale
 (par rapport à la masse)
 Signal RSE: env. 1...6 V (en fonction de la fréquence)
 Convertisseur de fréquence: 1000:1
 Sortie de fréquence pour le compteur numérique: TTL
 Courant continu (sur la sortie (3)): env. 100 μ A
 Substance de l'échantillon: Diphenyl-Picryl-Hydrazyl (DPPH)

Prise de raccordement de l'appareil de base
 RSE: 5 pôles
 Dimensions: 95 mm x 75 mm x 25 mm
 Poids: 0,2 kg

2.3 Alimentation RSE 514 57



Eléments de commande:

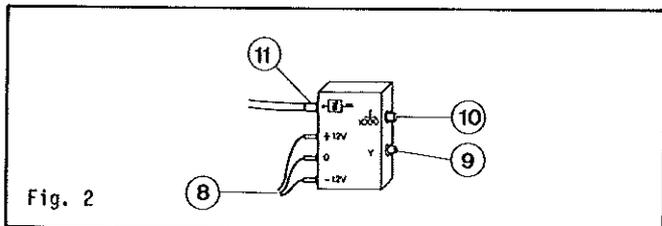
- 12 Interrupteur marche/arrêt
- 13 Potentiomètre de réglage pour la tension continue
- 14 Potentiomètre de réglage pour la tension de modulation
- 15 Affichage numérique de la fréquence
- 16 Déphaseur
- 17 Sortie des signaux
- 18 Sortie de modulation
- 19 Sortie de l'alimentation de l'aimant
- 20 Prise pour le branchement de l'appareil de base RSE (tête d'échantillonnage)

Caractéristiques techniques:

Tensions raccordées: 110/130/220/240 V~, 50/60 Hz
 Coupe-circuit primaire: 0,8 A (à action retardée) pour 220 V et 240 V
 Tension secteur (pièce de rechange 69 814) 1,6 A (à action retardée) pour 110 V et 130 V
 Tension secteur (pièce de rechange 69 817)
 Alimentation du champ magnétique: Tension continue 0...10 V
 Tension alternative 0...5 V
 Courant maximal 3 A (pas de protection contre les surcharges!)

Déphaseur: 0...90°
 Affichage numérique de la fréquence: à 4 chiffres
 Sortie des signaux: Prise BNC
 Sortie de modulation: Prise BNC
 Sortie de l'alimentation de l'aimant: 2 prises 4 mm
 Dimensions: 30 cm x 21 cm x 23 cm
 Poids: env. 6,2 kg

2.2 Adaptateur RSE 514 56



Eléments de commande:

- 8 Branchement de la tension d'alimentation
- 9 Sortie des signaux
- 10 Sortie de fréquence
- 11 Connexion de l'appareil de base RSE (tête d'échantillonnage)

Caractéristiques techniques:

Sortie des signaux Y: Prise BNC
 Sortie de la fréquence f : 1000
 Prise BNC
 Entrée de la tension d'alimentation ± 12 V, 0, - 12 V: Prises 4 mm

3 Montages expérimentaux, emploi

3.1 Montage expérimental pour démontrer le mode de fonctionnement de l'appareil de base RSE (514 55)

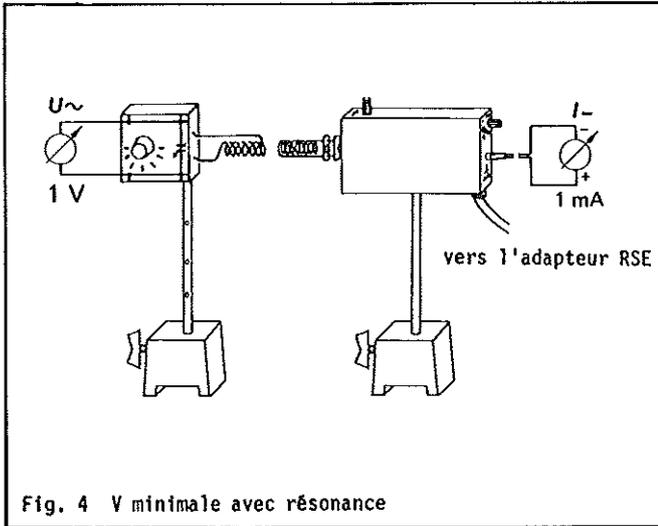


Fig. 4 V minimale avec résonance

Appareils: n°

- 1 appareil de base RSE (tête d'échantillonnage)...514 55
- 1 tige-support590 13
- 3 socles-supports massifs.....300 11
- 1 boîte d'alimentation pour tension continue.....522 30
- 1 adaptateur RSE.....514 56
- ou à la place de (522 30) et (514 56):
- 1 alimentation RSE.....514 57
- 1 voltmètre gamme de mesure: 1 V ~
- 1 ampèremètre gamme de mesure: 1 mA-
- p. ex. volt-ampèremètre grand cadran de
- démonstration.....531 88

3.2 Montages expérimentaux pour la démonstration de la résonance du spin des électrons

Appareils: n°

- 1 appareil de base RSE (tête d'échantillonnage)...514 55
- 1 paire de bobines de Helmholtz.....555 06
- 3 socles-supports massifs.....300 11
- 1 oscilloscope bicanal, p. ex.575 20

Pour l'alimentation en tension, soit:

- 1 alimentation RSE.....514 57
- et
- 1 instrument de mesure de l'intensité
- 3 A, p. ex.
- Volt-ampèremètre grand cadran.....531 88

ou

- 1 adaptateur RSE.....514 56
- 1 résistance de mesure, 1 Ω.....536 10
- 1 Boîte d'alimentation pour tension continue.....522 30
- 1 Transformateur basse tension réglable522 20
- ou
- transformateur basse tension S.....591 09
- 1 compteur numérique.....575 50
- ou
- compteur P.....575 45
- et chronomètre, p. ex.313 05

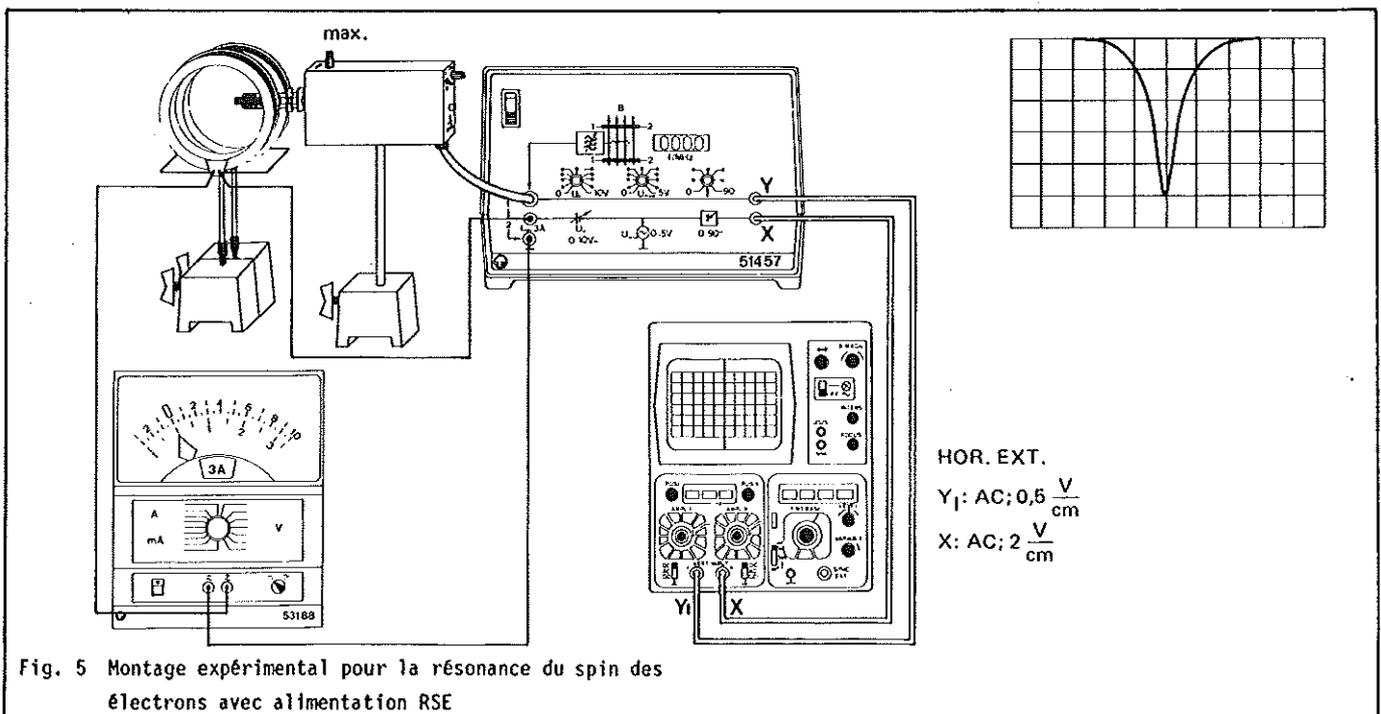
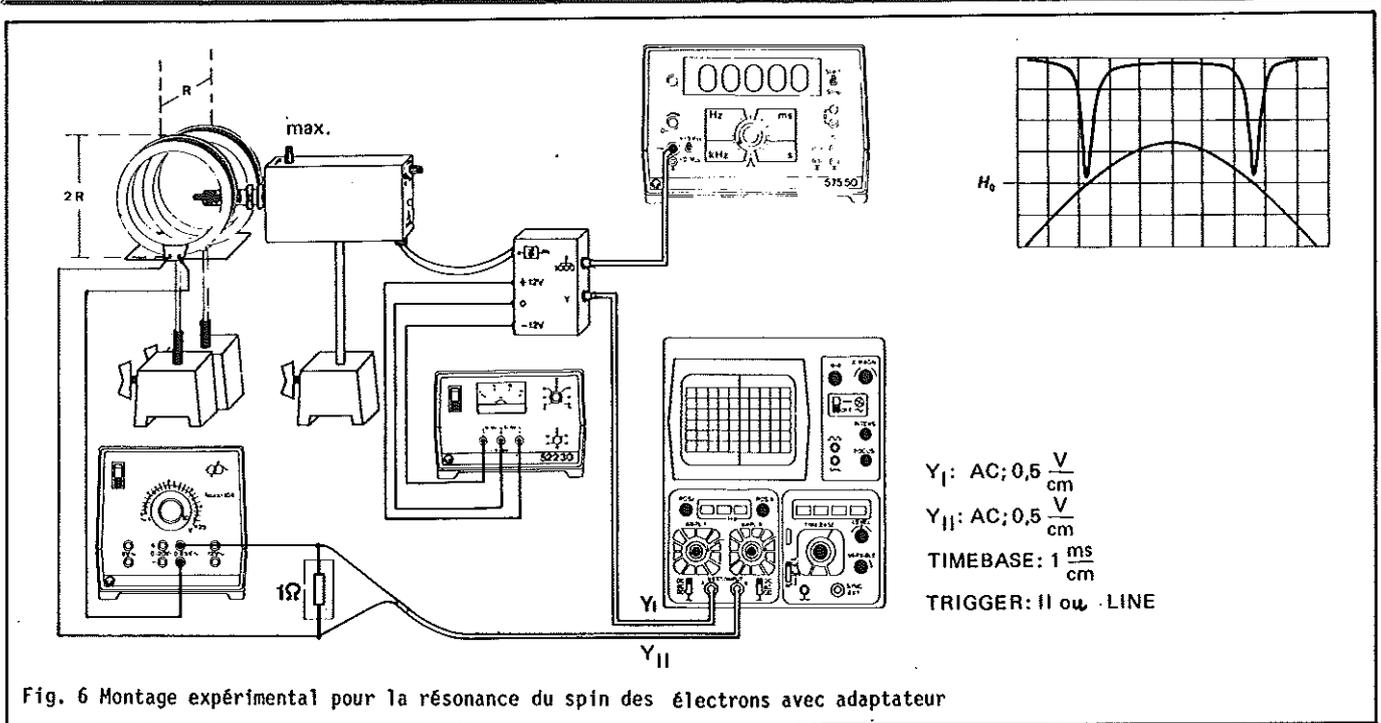


Fig. 5 Montage expérimental pour la résonance du spin des électrons avec alimentation RSE

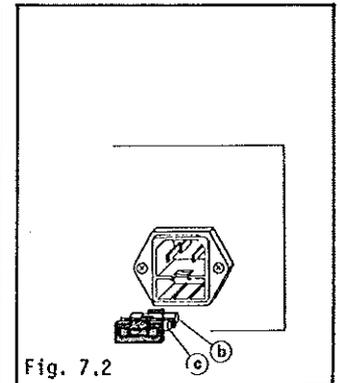
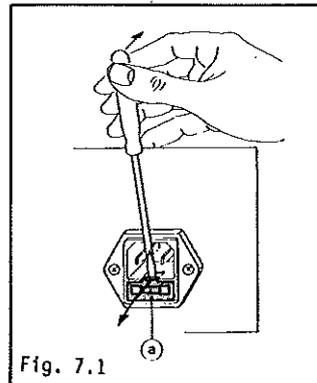


4 Remplacement des fusibles, adaptation à la tension du réseau

4.1 Fusible primaire de l'alimentation RSE 51457

- Soulever la cartouche (a) (avec douille pour le coupe-circuit à lame de plomb primaire (b) et le fusible de réserve (c) (fig. 7.1).
- Remplacer l'ancien fusible (b) par un nouveau fusible (c) dont la résistance a été vérifiée (fig. 7.2).
- Monter le fusible de réserve (c) et renfoncer la cartouche (a)

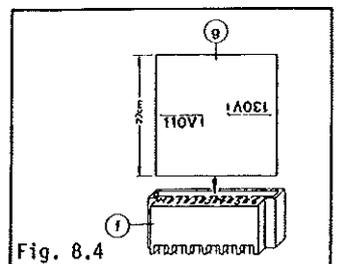
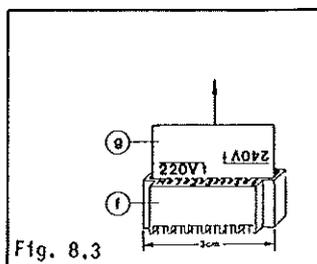
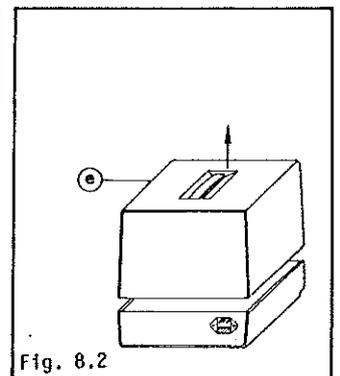
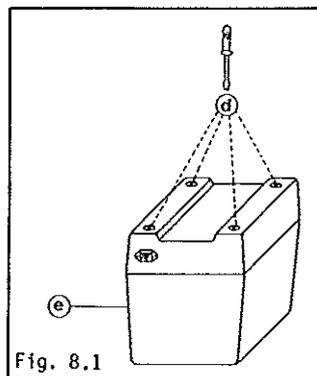
Voir le paragraphe 4.1 pour le remplacement (fig. 7.1 et 7.2).



4.2 Adaptation d'un appareil à une tension de réseau qui diffère de 220 V ~

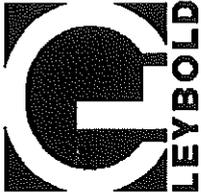
Attention! Débrancher l'appareil!

- Dévisser les vis (d) du bas du boîtier avec un tournevis cruciforme (taille 2) (fig. 8.1).
- Remettre l'appareil dans le bon sens et retirer le couvercle (e) (fig. 8.2).
- Retirer la plaquette de circuits imprimés (g) de la douille bleue (f) (sur le transformateur) (fig. 8.3).
- Tourner la plaquette (g) de façon à ce que la plaque signalétique indiquant la tension disponible du réseau (p. ex. 110 V ~) en bas, à gauche, apparaisse au-dessus du 1 du côté de la réglette mâle de la douille (f) (fig. 8.4).
- Emboîter la plaquette (g) et revisser le boîtier.
- Adapter le coupe-circuit primaire à lame de plomb à la nouvelle tension secteur (voir les caractéristiques techniques).



RESONANCE DE SPIN ELECTRONIQUE (RSE)

LEYBOLD S.A.
7, avenue du Québec BP 42
91942 COURTABOEUF CE
☎ 01 69 82 48 00

2. Description des appareils

La partie principale du montage pour la RSE est constituée par l'appareil de base RSE et les bobines de Helmholtz. L'appareil de base est relié à l'aide d'un câble multiconducteurs soit à l'adaptateur RSE, soit à l'alimentation RSE.

1. Appareil de base RSE

L'appareil de base comporte un oscillateur HF et un diviseur de fréquence réduisant la HF dans le rapport de 1 : 1000 et permettant ainsi de mesurer la HF avec des fréquemètres ne couvrant que la gamme des KHZ. L'oscillateur HF est constitué par un montage de Colpitts avec contre-réaction par un circuit capacitif à 3 points (fig.5). La bobine HF (1) dans laquelle sera introduit l'échantillon de DPPH, est interchangeable. Les 3 bobines livrées avec l'appareil permettent ainsi de couvrir différentes gammes de fréquences. Le bouton de réglage (2) permet de faire varier la capacité du circuit oscillant et ainsi de régler en continu les fréquences de chaque gamme :

- bobine I (22 spires) 12 à 27 MHz
- bobine II (10 spires) 27 à 70 MHz
- bobine III (3 spires) 70 à 130 MHz

L'amplitude HF est réglée à l'aide du bouton (3). Effectuer ce réglage pour obtenir un rapport signal/bruit optimal à l'oscillographe.

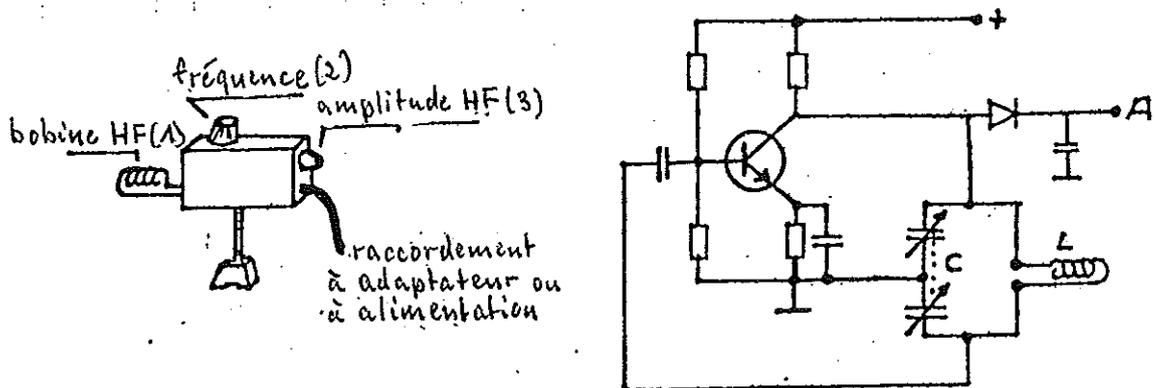


Fig.5 : Appareil de base RSE et schéma de l'oscillateur de Colpitts.

Un câble multiconducteur relie l'appareil de base soit à l'adaptateur RSE soit à l'alimentation RSE pour transmettre le signal de fréquence et la tension d'alimentation + 12 V/0V/-12 V. Un jack permet une sortie supplémentaire de l'amplitude HF et donc du signal RSE.

2.2. Adaptateur RSE

Pour le fonctionnement de l'appareil de base avec l'adaptateur RSE, les deux appareils sont reliés par un câble multiconducteurs. L'adaptateur comporte en outre : 3 douilles pour fiches Banane pour les tensions d'alimentation + 12/0/-12 V et 2 prises BNC (5 et 6) pour sortie du signal RSE et du signal de fréquence ($f/1000$).

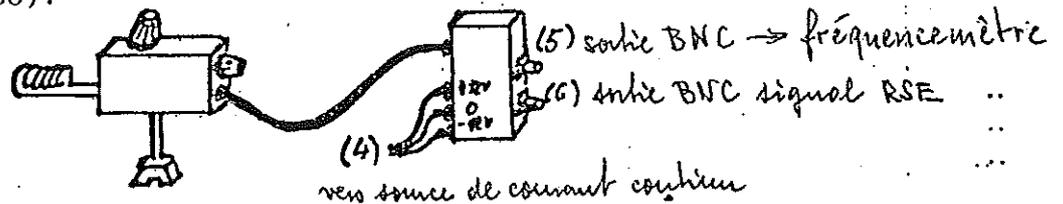


Fig.6 : Appareil de base RSE avec adaptateur.

2.3. Alimentation RSE

Pour les manipulations avec alimentation RSE, celle-ci est reliée à l'appareil de base à l'aide d'un câble multiconducteurs. L'alimentation RSE fournit les tensions + 12/0/-12 v pour l'appareil de base et comporte un fréquencemètre à affichage numérique en MHz. L'alimentation fournit en outre la tension continue et la tension de modulation pour les bobines de Helmholtz (7). Le réglage de ces deux tensions est effectué par les boutons (8) et (9). Le signal RSE est prélevé à la douille BNC repérée Y pour être appliqué à l'entrée Y de l'oscilloscope. Pour le fonctionnement de l'oscillographe en XY, un signal proportionnel à la tension de modulation est appliqué à l'aide d'un déphaseur (10) à la douille BNC repérée X pour être transmis à l'entrée X de l'oscillographe.

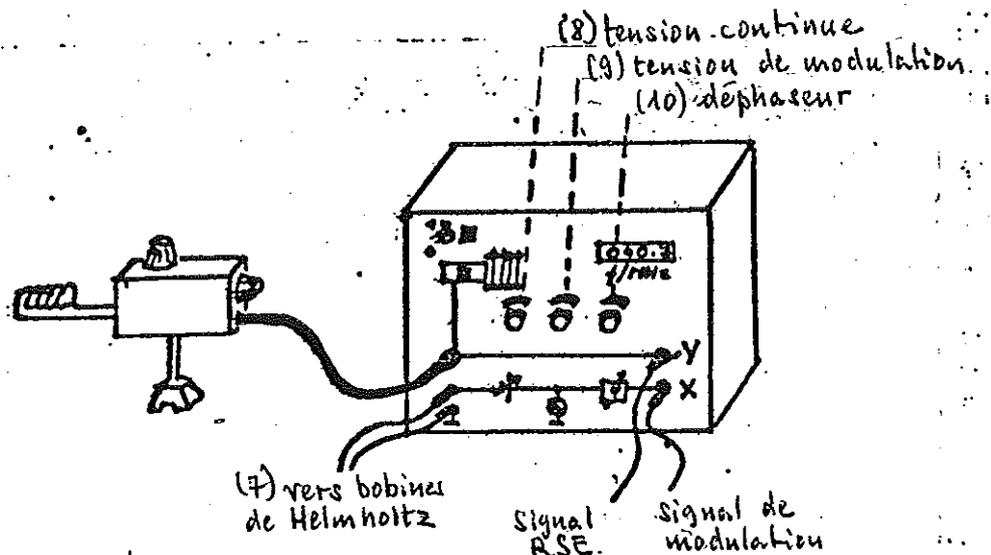


Fig.7 : Appareil de base RSE avec alimentation.

2.4. Bobines de Helmholtz (voir aussi m.e. 555.06)

Les bobines ont un diamètre moyen de 136 mm et possèdent 320 spires. Monter les bobines de façon à ce que leur écartement A soit égal au rayon $A = R = 68$ mm.

Le courant de service des bobines ne devrait pas dépasser 1,5 A ; en branchement série, la tension de service devrait donc être d'environ 15 V.

Selon la règle de Biot et Savart, le champ magnétique quasi homogène B de la paire de bobines de Helmholtz s'établit comme suit :

$$B = \mu_0 \frac{n \cdot R^2 \cdot I}{(R^2 + a^2)^{3/2}}$$

avec la perméabilité du vide : $\mu_0 = 1,2566 \cdot 10^{-6} \frac{Vs}{Am}$
et

n = 320 (nombre de spires de chaque bobine)

R = 6,8 cm (rayon des spires)

a = A/2 = 3,4 cm (moitié de l'écartement des bobines)

I = courant des spires

on obtient la valeur B du champ magnétique :

$$B = 4,23 \frac{I}{A} \text{ mT}$$

3. Exécution de la manipulation

3.1. Manipulation préliminaire pour explication du fonctionnement de l'appareil de base

Celle-ci est destinée à montrer qu'en résonance, un circuit oscillant externe peut absorber de l'énergie en provenance d'un oscillateur HF. Relier l'appareil de base à l'adaptateur ou à l'alimentation et mettre en service avec la bobine II (10 spires). Relier la sortie RSE à un voltmètre. Le circuit résonnant dont la fréquence de résonance se situe à environ 40 MHz est constitué par un condensateur variable (maxi. 500 pF) et une bobine de 9 spires. Relier un second voltmètre pour relever la tension du circuit résonnant (fig.8).

3.1.3.

Matériel nécessaire :

- 1 appareil de base RSE avec bobine II (10 spires)
- 1 adaptateur avec alimentation courant continu + 12/0/-12 V et fréquencesmètre.

ou

- 1 appareil de base RSE
- 1 circuit oscillant HF
- 2 voltmètres

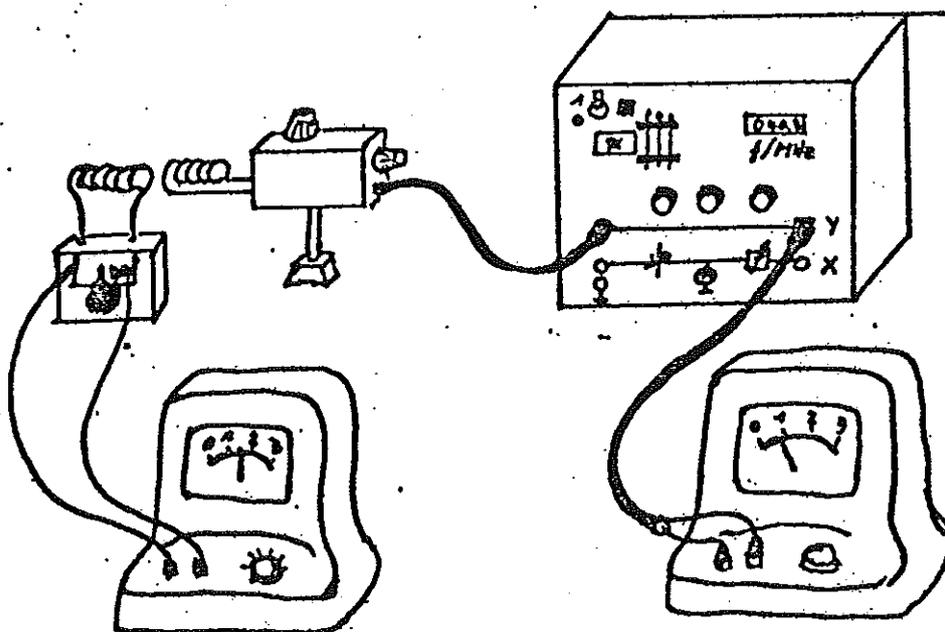


Fig. 8 : Manipulation préliminaire, absorption de résonance.

Disposer les deux bobines HF en alignement coaxial et faire varier lentement la fréquence de l'oscillateur HF ou celle du résonateur (circuit résonnant). A environ 40 MHz, l'indication du voltmètre RSE passe par un minimum, simultanément celle du voltmètre du résonateur par un maximum. De façon similaire à la RSE, par suite de l'absorption de résonance, l'oscillateur HF subit un amortissement : l'amplitude de la tension HF et par là aussi celle du signal, diminuent (v. fig. 5).

.4.1.9..

3.2. Montage RSE avec l'adaptateur

Matériel nécessaire :

- 1 appareil de base RSE
- 1 adaptateur RSE
- 1 alimentation
- 1 paire de bobines de Helmholtz
- 1 transformateur variable
- 1 résistance de mesure 1Ω
- 1 oscillographe bicourbe
- 1 fréquencemètre

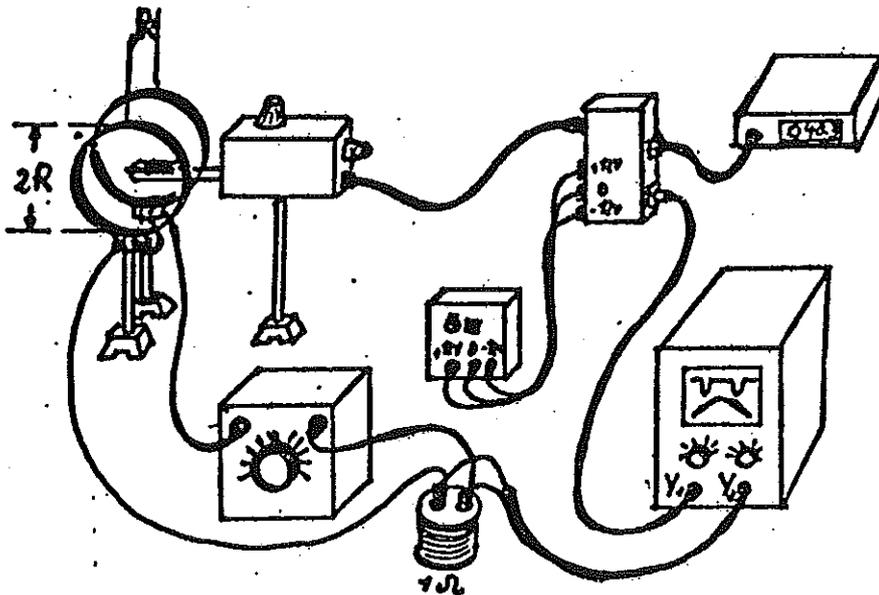


Fig. 9 : Montage RSE avec adaptateur.

Relier l'appareil de base à l'adaptateur et à l'alimentation courant continu + 12/0/-12 V. Relier la sortie fréquence de l'adaptateur ($f/1000$) à un fréquencemètre et la sortie signal RSE à l'entrée Y_1 d'un oscillographe bicourbe. Brancher les bobines de Helmholtz en série et les relier à un transformateur variable (env. 0 à 24 V) en intercalant une résistance de mesure de 1Ω dont la chute de tension est appliquée à l'entrée Y_2 de l'oscillographe. Grâce à l'amplificateur d'entrée calibré, l'intensité du courant de résonance peut être lue sur l'écran (fig.10). Régler la base de temps de façon à ne visualiser qu'une alternance du champ magnétique alternatif (synchronisation par Y_2). Avec une amplitude suffisamment importante du champ magnétique, l'écran fait apparaître 2 raies de résonance situées de façon symétrique par rapport à la valeur maximale du champ magnétique (une légère dissymétrie peut être causée par un faible déphasage). Lorsque l'on fait varier l'amplitude du champ magnétique, les raies de résonance se déplacent, la valeur de l'induction de résonance demeure cependant inchangée.

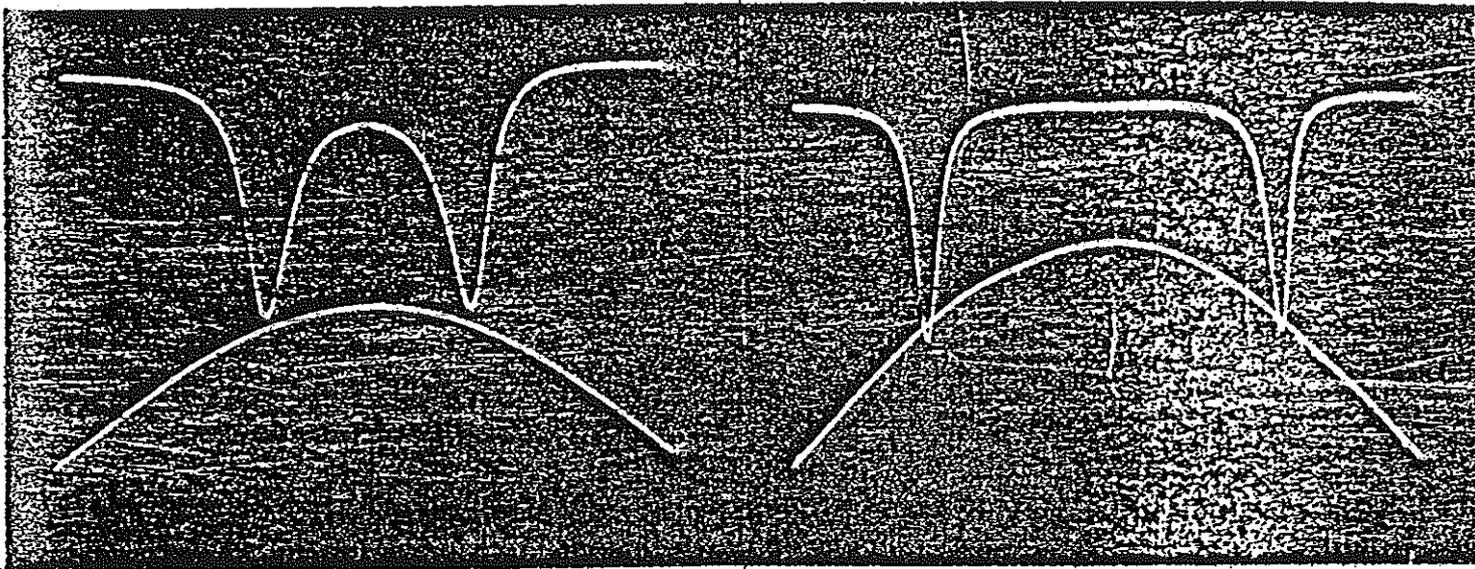


Fig. 10 : Amplitude HF (courbe supérieure) et champ magnétique courbe inférieure). L'augmentation de l'amplitude du champ magnétique (à droite) produit un déplacement des raies de résonance, l'induction de résonance demeure cependant inchangée.

Disposer et orienter les bobines de Helmholtz de façon à ce que l'axe du champ magnétique alternatif de haute fréquence soit situé dans le même plan, mais perpendiculaire à l'axe de la bobine HF dans laquelle est introduit l'échantillon de DPPH (fig.9). Lorsque l'on enlève l'échantillon de DPPH de la bobine HF, les raies de résonance disparaissent.

Pour vérifier le diviseur de fréquence de l'appareil de base, régler la fréquence la plus faible avec la bobine I et, à l'aide d'une boucle d'induction, appliquer la tension HF à un oscillographe. A la vitesse de balayage la plus élevée, l'on peut alors compter les oscillations.

3.3. Montage RSE avec l'alimentation

L'utilisation de l'alimentation spéciale RSE simplifie le montage puisque cet appareil comporte la source de tension continue et le fréquencemètre. En outre, le champ magnétique alternatif est obtenu par une source de tension de modulation incorporée. Pour les champs magnétiques importants, brancher les bobines de Helmholtz en parallèle.

En première manipulation avec ce montage, l'on procédera de façon similaire à 3.2.

L'on passera ensuite à la seconde méthode qui permet de déterminer l'induction de résonance de façon plus précise.

On génère l'induction de résonance par application d'une tension continue en provenance de la source incorporée dans l'alimentation RSE, aux bobines de Helmholtz et l'on mesure l'intensité du courant à l'aide d'un ampèremètre. Pour visualiser la raie de résonance sur un oscillographe, le champ magnétique continu est modulé par superposition d'un champ alternatif faible.

Matériel nécessaire :

- 1 appareil de base RSE
- 1 alimentation RSE
- 1 paire de bobines de Helmholtz
- 1 ampèremètre
- 1 oscillographe

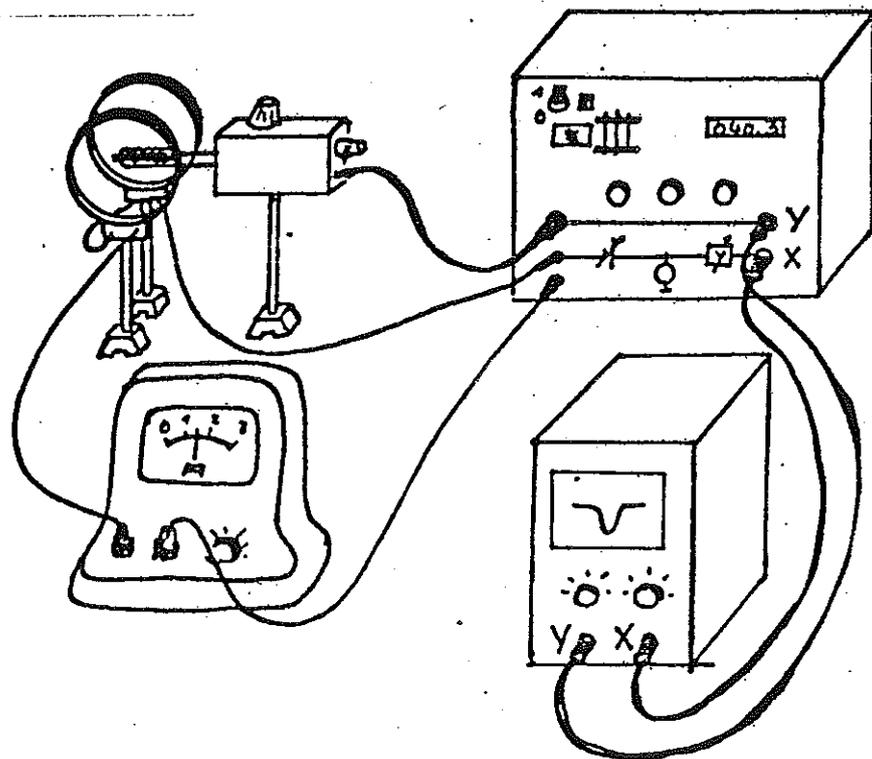


Fig. 11 : Montage RSE avec alimentation spéciale.

Relier les appareils comme indiqué par la figure 11. Par champ magnétique alternatif de faible intensité, accroître progressivement le champ magnétique continu : la raie de résonance apparaît à l'écran de l'oscillographe branché en représentation XY. A l'aide du déphaseur, effectuer la superposition des deux raies produites au départ (fig.12).

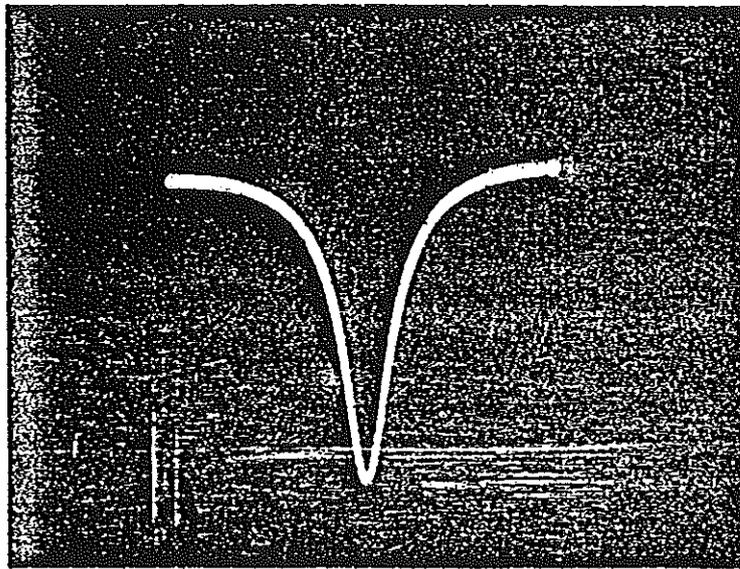


Fig. 12 : Courbe d'absorption RSE

Par fréquence croissante de l'oscillateur HF, la raie de résonance se déplace vers la droite de l'écran, c'est-à-dire vers le champ magnétique plus élevé. par accroissement du champ magnétique continu, la raie peut être ramenée au milieu de l'écran.

Pour mesurer l'induction de résonance, réduire sensiblement la modulation afin d'obtenir une représentation symétrique du signal RSE à l'écran à l'aide du champ magnétique continu. Relever la valeur I du courant indiquée par l'ampèremètre.

Le schéma fig. 13 permet d'expliquer la production de la raie d'absorption RSE par superposition des champs magnétiques continu et alternatif.

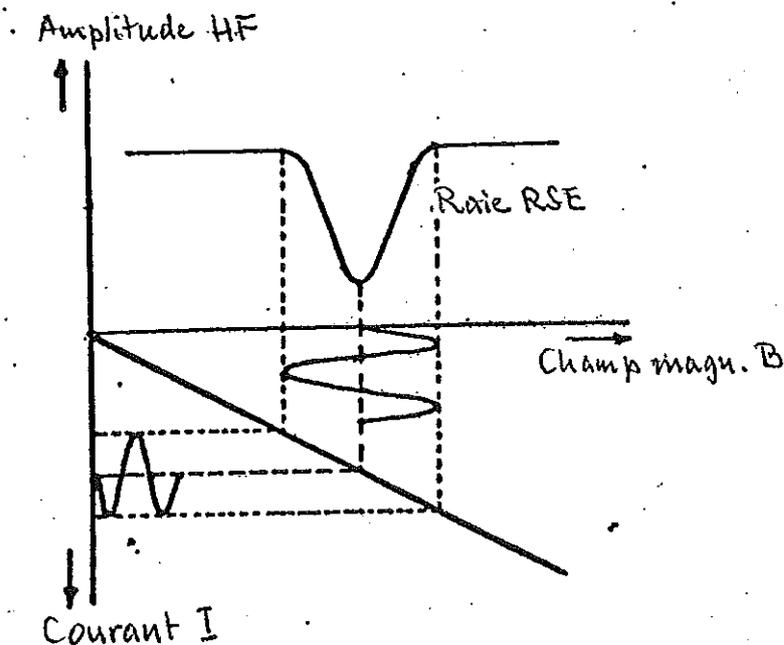


Fig. 13 : Production de la raie RSE.

3.4. Exploitation des mesures

La mesure de l'induction de résonance B et de la fréquence de résonance f permet de démontrer le rapport linéaire entre f et B. La condition de résonance est :

$$hf = g_e \cdot \mu_B \cdot B$$

où

$h = 6,625 \cdot 10^{-34} \text{ Ws}^2$, constante de Planck

$\mu_B = 9,273 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2$, magnéton de Bohr

La figure 14 constitue la représentation graphique des valeurs mesurées. La pente de la droite permet de déterminer le facteur g_e :

$$g_e = \frac{hf}{\mu_B \cdot B} = \frac{6,625 \cdot 10^{-34} \text{ Ws}^2 \cdot 100 \text{ MHz}}{9,273 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2 \cdot 3,57 \text{ mT}} = 2,0$$

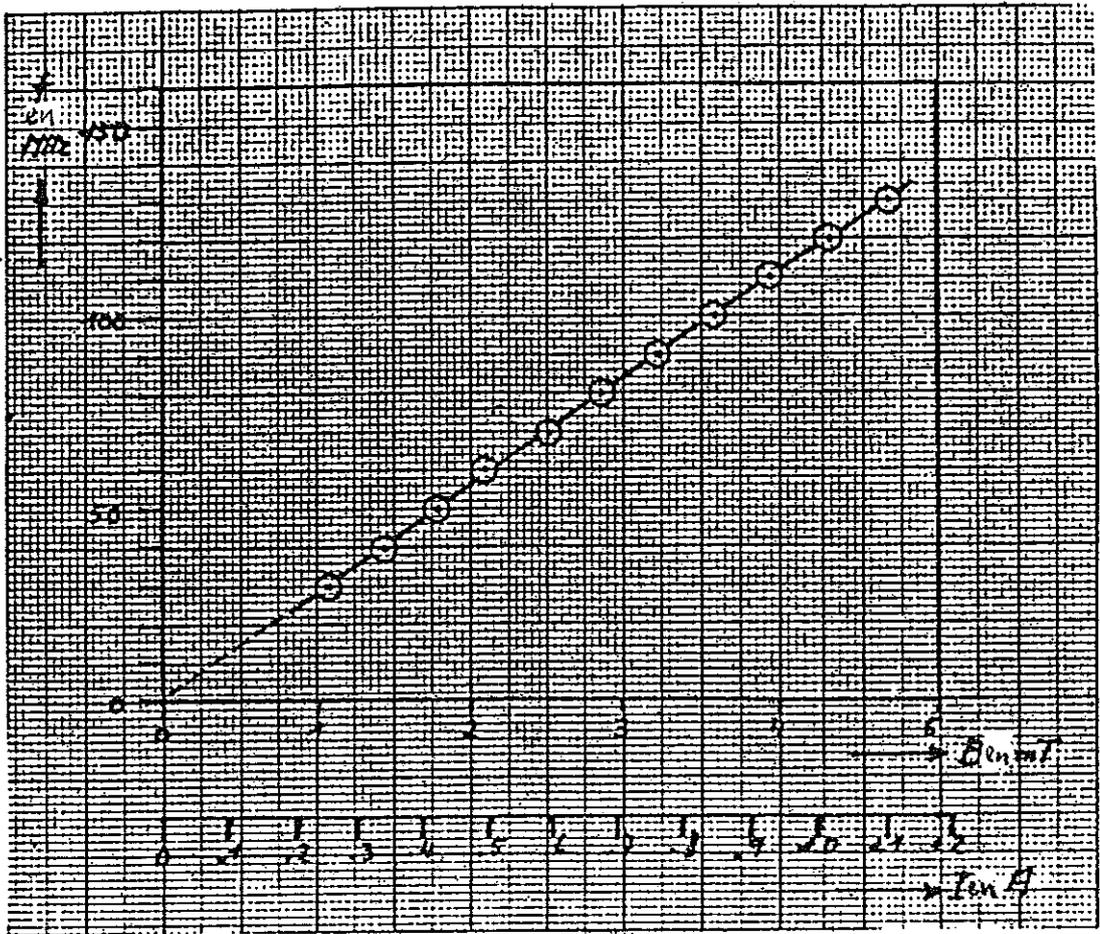


Fig. 14 : Fréquence de résonance f en fonction de l'induction de résonance B ou du courant I par bobine de Helmholtz.

ENS - LYON

Résonance de spin électronique sur du DPPH

P6.2.2

Doc:3

Détermination du champ magnétique en fonction de la fréquence de résonance

Objectifs de l'expérience

- Détermination du champ magnétique de résonance B_0 en fonction de la fréquence de résonance choisie ν .
- Détermination du facteur g du DPPH.
- Détermination de la largeur des raies spectrales δB_0 du signal de résonance.

Principes de base

Depuis sa découverte par *E. K. Zavoisky* (1945), la résonance de spin électronique (RSE) est devenue une méthode importante pour étudier les structures moléculaires et cristallines, les réactions chimiques et d'autres problèmes en physique, en chimie, en biologie et en médecine. Elle repose sur l'absorption de rayonnements électromagnétiques à haute fréquence par des matériaux paramagnétiques dans un champ magnétique extérieur, dans lequel les états de spin des électrons se dissocient.

La résonance de spin électronique est limitée à des matériaux paramagnétiques, étant donné qu'ici les moments angulaires orbitaux et les spins des électrons se couplent pour former un moment total différent de zéro. Sont par exemple adaptés les composés, intégrant des atomes avec des couches intérieures non complètement remplies (métaux transitoires, terres rares), les molécules organiques (radicaux libres) contenant des électrons isolés non appariés, ou des cristaux avec un défaut structurel dans un état paramagnétique.

Le moment total \vec{J} est lié au moment magnétique

$$\vec{\mu}_J = -g_J \cdot \frac{\mu_B}{\hbar} \cdot \vec{J} \quad (I)$$

$$(\mu_B = \frac{\hbar \cdot e}{2 \cdot m_e}, \hbar = \frac{h}{2\pi}, \mu_B: \text{magnéton de Bohr},$$

h : constante de Planck, g_J : facteur de Landé, m_e : masse de l'électron, e : charge élémentaire)

Dans un champ magnétique \vec{B}_0 , le moment magnétique $\vec{\mu}_J$ reçoit l'énergie potentielle

$$E = -\vec{\mu}_J \cdot \vec{B}_0 \quad (II)$$

Celle-ci est quantifiée étant donné que le moment magnétique et le moment total ne peuvent prendre que certaines orientations discrètes par rapport au champ magnétique. A chaque orientation du moment correspond un état d'une certaine énergie potentielle dans le champ magnétique. La composante J_z du moment total parallèle au champ magnétique vaut

$$J_z = \hbar \cdot m_J \text{ avec } m_J = -J, -(J-1), \dots, J \quad (III)$$

avec le nombre quantique du moment J multiple de $1/2$, ce qui signifie que l'énergie potentielle se décompose sur les niveaux discrets de Zeeman

$$E = g_J \cdot \mu_B \cdot B_0 \cdot m_J \text{ avec } m_J = -J, -(J-1), \dots, J \quad (IV)$$

La méthode de la résonance de spin électronique permet de mesurer directement la décomposition de l'énergie. Pour ce faire, on applique verticalement au champ magnétique statique \vec{B}_0 un champ magnétique alternatif à haute fréquence

$$\vec{B}_1 = \vec{B}_{HF} \cdot \sin(2\pi\nu \cdot t)$$

sur l'échantillon. Lorsque l'énergie reçue $h \cdot \nu$ correspond au différentiel d'énergie ΔE entre deux niveaux énergétiques voisins, c.à.d. lorsque les conditions

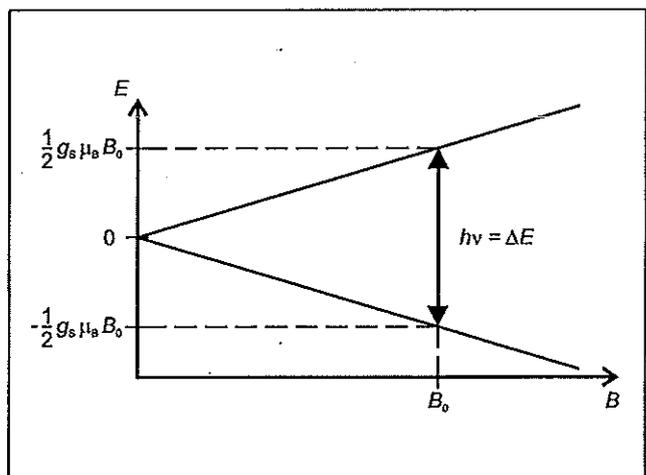
$$\Delta m_J = \pm 1 \quad (V)$$

et

$$h \cdot \nu = \Delta E = g_J \cdot \mu_B \cdot B_0 \quad (VI)$$

sont satisfaites, le champ alternatif provoque un «basculement» des moments magnétiques d'une position dans le champ magnétique B_0 vers l'autre. En d'autres termes, des transitions entre les niveaux voisins sont induites et un effet de

Fig. 1 Décomposition de l'énergie de l'électron libre dans le champ magnétique et conditions de résonance pour la résonance de spin électronique.



modification de la valeur du facteur g , il devient souvent anisotropique, et dans les spectres RSE apparaît une structure fine. Ainsi, le facteur g permet de déduire les liaisons des électrons et la structure chimique de l'échantillon examiné.

Les largeurs de raies spectrales permettent de tirer des conclusions sur les propriétés dynamiques. La largeur des raies spectrales est – si l'on fait abstraction des structures fines non dissoutes – déterminée par plusieurs processus opposés à l'orientation des moments magnétiques. On entend par la relaxation spin-spin les interactions des moments magnétiques orientés entre eux et par relaxation spin-réseau les interactions des moments magnétiques avec les champs électriques et magnétiques fluctuants provoqués, dans les corps solides, par les vibrations du réseau ou, dans les liquides, par le mouvement thermique des atomes. Dans certains cas, la largeur des raies spectrales est influencée par des interactions dites d'échange et l'on obtient des valeurs bien inférieures à ce que l'on pourrait attendre d'une interaction dipôle-dipôle des spins.

Les spectromètres RSE développés pour des applications pratiques travaillent principalement avec des fréquences d'environ 10 GHz (micro-ondes, bandes X). Les champs magnétiques se situent ainsi dans l'ordre de grandeur de 0,1 à 1 T. Dans l'expérience présente, le champ magnétique B_0 est nettement plus faible. Il est créé au moyen de deux bobines de Helmholtz et peut être réglé par le choix du courant de la bobine pour prendre une valeur entre 0 et 4 mT. Au courant constant de la bobine se superpose un courant modulé à 50 Hz. Ainsi, le champ magnétique modulé correspondant B se compose d'un champ continu B_0 et d'un champ 50 Hz B_{mod} . L'échantillon se trouve dans une bobine HF intégrée à un circuit électrique branché en série de qualité supérieure. Le circuit branché en série est excité par un oscillateur HF à fréquence variable entre 15 et 130 MHz.

Lorsque la condition de résonance (V) est satisfaite, l'échantillon absorbe de l'énergie et le circuit branché en série est sollicité. Il en résulte une modification de la résistance en courant alternatif du circuit branché en série et la tension diminue sur la bobine. Cette tension est transformée par un redressement et une amplification vers le signal de mesure.

Le signal de mesure apparaît à la sortie de l'appareil de manière décalé dans le temps par rapport au champ magnétique modulé. Le décalage temporel peut être corrigé comme déphasage sur l'appareil. Un oscilloscope à deux canaux représente, dans le mode de fonctionnement X-Y, le signal de mesure avec une tension proportionnelle au champ magnétique comme signal de résonance. Le signal de résonance est symétrique, lorsque le champ continu B_0 satisfait les conditions de réso-

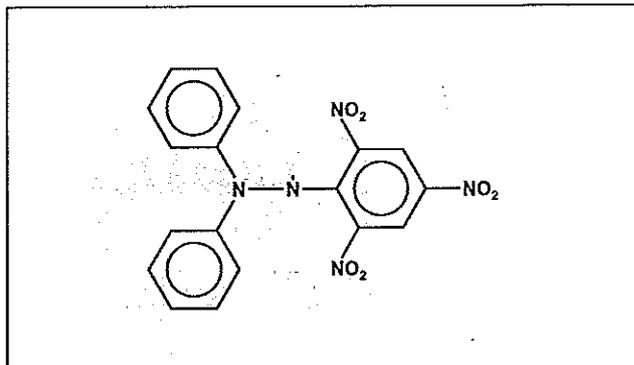


Fig. 3 Structure chimique du 1,1-Diphényl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH)

nance et que le déphasage φ entre le signal de mesure et le champ magnétique modulé est corrigé (cf. fig. 2).

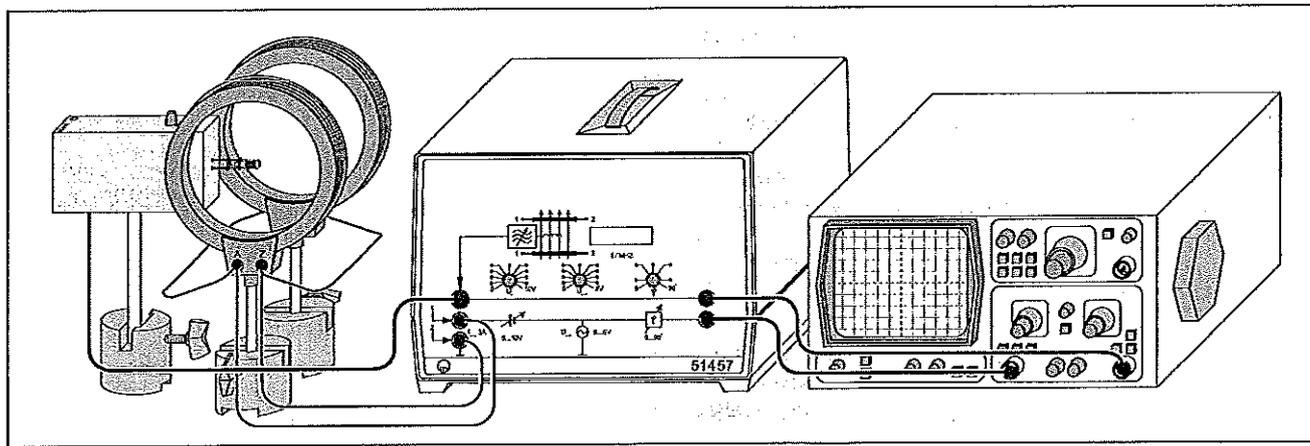
La substance de l'échantillon est du 1,1-Diphényl-2-Pikryl-Hydrazyl (DPPH). Ce composé organique est un radical libre relativement stable qui présente un électron de valence impair sur un atome du pont d'azote (cf. fig. 3). Son mouvement est pratiquement évincé par la structure moléculaire. C'est pourquoi la molécule présente un facteur g qui correspond presque à celui d'un électron libre. La substance, en forme polycristalline; est très adaptée à la démonstration de la résonance de spin électronique, étant donné qu'elle dispose d'une ligne RSE intensive qui présente une faible largeur en raison de la restriction des échanges.

Montage

Le dispositif de l'expérience est présenté aux fig. 4 et 5

- Bobines de Helmholtz disposées parallèlement l'une à l'autre à une distance moyenne de 6,8 cm (correspondant au rayon moyen r).
- Brancher les deux bobines de Helmholtz parallèlement l'une à l'autre avec l'ampèremètre en série sur l'alimentation RSE.
- Relier l'appareil de base RSE à l'alimentation RSE au moyen d'un câble à six pôles.
- Brancher la sortie Y de l'alimentation RSE au moyen du câble BNC sur le canal I de l'oscilloscope à 2 canaux et la sortie X sur le canal II.

Fig. 4 Dispositif de l'expérience pour la résonance de spin électronique sur du DPPH.



Détermination de la largeur de raies spectrales δB_0 :

– Largeur de raies spectrales relevée:

$$\delta U = 2,9 \text{ cm} \cdot 0,2 \frac{\text{V}}{\text{cm}} = 0,58 \text{ V}$$

Calibrage de la tension U_{mod} :

$U_{\text{mod}} = 10 \text{ cm} \cdot 0,5 \frac{\text{V}}{\text{cm}} = 5 \text{ V}$ correspond à $2 I_{\text{mod}} = 0,30 \text{ A}$
(intensité effective du courant alternatif)

Exploitation et résultat

Le champ magnétique B des bobines de Helmholtz peut être calculé à partir de l'intensité I passant par chaque bobine:

$$B = \mu_0 \cdot \left(\frac{4}{5}\right)^2 \cdot \frac{n}{r} \cdot I \text{ avec } \mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{\text{Vs}}{\text{Am}}$$

(n : nombre de spires par bobine, r : rayon de la bobine)

Avec $n = 320$ et $r = 6,8 \text{ cm}$ on obtient: $B = 4,23 \text{ mT} \cdot \frac{I}{\text{A}}$

Détermination du champ magnétique de résonance B_0 :

Au tableau 2 sont présentés les différentes valeurs du champ magnétique.

Tab. 2: Champ magnétique B_0 en fonction de la fréquence ν du champ alternatif.

$\frac{\nu}{\text{MHz}}$	$\frac{B_0}{\text{mT}}$
15	0,55
20	0,74
25	0,93
30	1,08
35	1,27
40	1,46
45	1,63
50	1,82
55	1,99
60	2,12
65	2,33
70	2,54
75	2,75
80	2,86
85	3,07
90	3,28
95	3,38
100	3,60
105	3,81
110	4,02
115	4,12
120	4,23
125	4,44
130	4,65

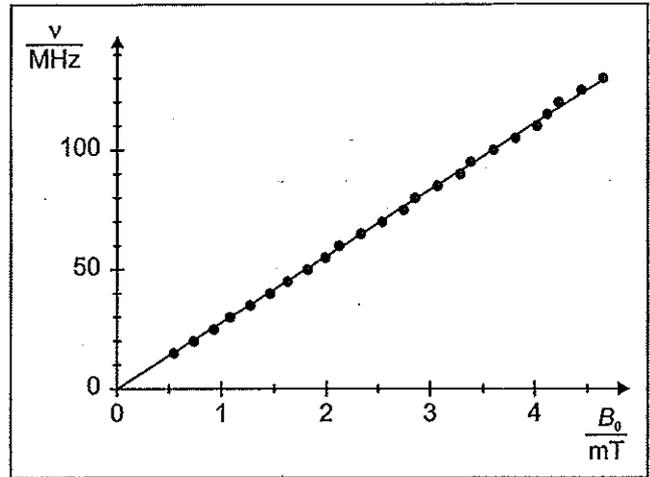


Fig. 6 Fréquence de résonance en fonction du champ magnétique pour du DPPH

La Fig. 6 montre une présentation graphique des valeurs de mesure. La pente des droites inscrites, passant par l'origine, est

$$\frac{\nu}{B_0} = 27,8 \frac{\text{MHz}}{\text{mT}}$$

ceci implique pour le facteur g :

$$g = \frac{h \cdot \nu}{\mu_B \cdot B_0} = \frac{6,625 \cdot 10^{-34} \text{ Js}^2}{9,273 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2} \cdot 27,8 \frac{\text{MHz}}{\text{mT}} = 1,99$$

Valeur indiquée par la littérature: $g(\text{DPPH}) = 2,0036$.

Détermination de la largeur de raies spectrales δB_0 :

$$\delta I = \frac{\delta U}{U_{\text{mod}}} \cdot I_{\text{mod}} = \frac{0,58 \text{ V}}{5 \text{ V}} \cdot 0,15 \text{ A} \cdot 2 \cdot \sqrt{2} = 0,049 \text{ A}$$

ceci implique

$$\delta B_0 = 4,23 \text{ mT} \cdot \frac{\delta I}{\text{A}} = 0,21 \text{ mT}$$

Valeur indiquée par la littérature:

$$\delta B_0 (\text{DPPH}) = 0,15\text{--}0,81 \text{ mT}$$

La largeur des raies dépend beaucoup, de quel solvant la substance se recristallise. La valeur la plus faible est indiquée dans la littérature spécialisée pour du CS_2 comme solvant.

Absorption par résonance d'un circuit oscillant HF passif

Objectifs de l'expérience

- Mesure de la tension U_1 sur la bobine du circuit oscillant HF lors d'un couplage inductif sur un circuit oscillant passif en fonction de la fréquence.
- Mesure de la tension U_2 sur la bobine du circuit oscillant passif en fonction de la fréquence.

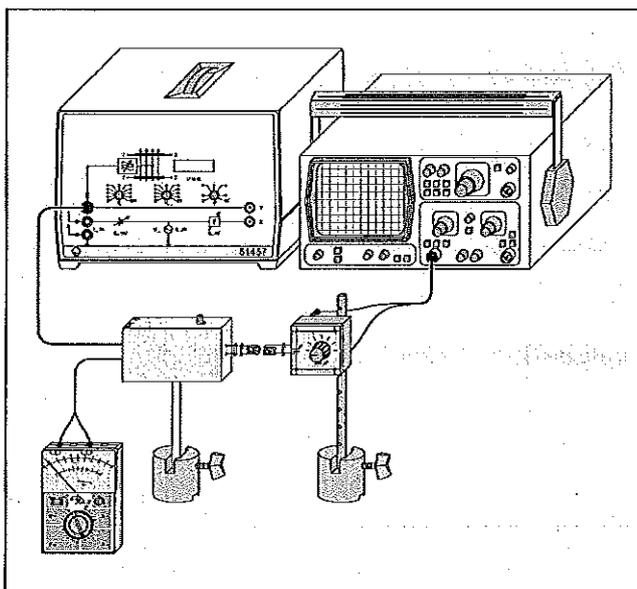


Fig. 1 Montage de l'expérience avec appareil de base RSE relié inductivement à un circuit oscillant passif.

Principes de base

Pour mettre en évidence la résonance de spin électronique sur du DPPH dans l'expérience P6.2.6.2, l'échantillon DPPH se trouve dans une bobine HF intégrée dans un circuit électrique oscillant de qualité supérieure. Le circuit oscillant est excité par un oscillateur HF à fréquence variable entre 15 et 130 MHz. Lorsque la condition de résonance de spin électronique avec une fréquence ν_0 est satisfaite, l'échantillon DPPH absorbe de l'énergie et le circuit oscillant est sollicité. En conséquence la résistance en courant alternatif du circuit oscillant se modifie et la tension sur la bobine diminue.

La sollicitation du circuit oscillant actif est retracée dans la présente expérience avec un circuit oscillant passif, ont la bobine est coaxiale par rapport à la bobine HF vide. La fréquence de résonance

$$\nu_0 = \frac{1}{2\pi \cdot \sqrt{L_2 C_2}} \quad (I)$$

du circuit oscillant passif peut être modifiée par la variation de sa capacité C_2 .

Lorsque le circuit oscillant actif est excité avec la fréquence de résonance ν_0 , celui-ci est amorti et la tension U_1 sur la bobine HF diminue. Pour mettre ceci en évidence, on mesure la tension U_1 redressée comme intensité I_1 par une résistance de mesure $R_1 = 56 \text{ k}\Omega$:

$$U_1 = 56 \text{ k}\Omega \cdot I_1 \quad (II)$$

Montage

Le montage de l'expérience est présenté à la figure 1.

- Relier l'appareil de base RSE à l'alimentation RSE par le câble à six pôles et régler le potentiomètre sur la sensibilité maximale.
- Enfiler la bobine embrochable 30-75 MHz et brancher l'ampèremètre avec le câble adaptateur sur la sortie I (plage de mesure 100 A).
- Disposer la bobine du circuit oscillant passif de manière coaxiale par rapport à la bobine embrochable et la brancher au moyen du câble de mesure BNC/4 mm sur le canal I de l'oscilloscope à deux canaux.

Matériel

1 Appareil de base RSE	514 55
1 Alimentation RSE	514 57
1 Oscilloscope à deux canaux 303	575 211
1 Ampèremètre, DC, $I \leq 1 \text{ mA}$ par exemple	531 100
1 Câble de mesure BNC/4 mm	575 24
1 Jeu de 6 douilles de connexion	501 644
1 Tige perforée, isolée, 25 cm	590 13
2 Socle support	300 11

4/4