

09.80.01

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 1	AÑO 1980

CNEA-NT-25/80

REPUBLICA ARGENTINA
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION
CENTRO ATOMICO BARILOCHE

**CAVIDAD RESONANTE PARA ESPECTROSCOPIA
DE RESONANCIAS MAGNETICAS**

**POR
C. FAINSTEIN**

**BUENOS AIRES
1980**

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

CAVIDAD RESONANTE PARA ESPECTROSCOPIA
DE RESONANCIAS MAGNETICAS

C. Fainstein

RESUMEN

Describimos el diseño y operación de una Cavity Resonante en 9.35 GHz (Banda X), para espectroscopía de resonancia electrónica paramagnética EPR y resonancia doble nuclear-electrónica ENDOR. Este diseño permite la realización de mediciones en el rango 1.3 hasta 300 K, pudiendo aplicarse presiones sobre la muestra y conservándose la posibilidad de detección homodina por modulación (100 KHz) de campo magnético.

SUMMARY

A Resonant Cavity, for electron paramagnetic resonance spectroscopy, at 9.35 GHz (X Band) is described. This design allows for: operation from room temperature down to the liquid helium range, electron-nuclear double resonance experiments, axial deformation of the sample, and homodyne detection with 100 KHz magnetic field modulation.

INTRODUCCION

Las técnicas espectroscópicas de Resonancias Magnéticas permiten obtener información importante sobre la estructura electrónica de iones paramagnéticos y sobre la red cristalina (1), cuando los primeros se encuentran presentes como impurezas en redes cristalinas diamagnéticas. El estudio se realiza a través de espectroscopía de Resonancia Paramagnética Electrónica (EPR) y Resonancia Doble

Nuclear Electrónica (ENDOR), técnicas que permiten detectar con precisión la absorción de energía de radio frecuencia (microondas) entre desdoblamientos Zeeman del nivel fundamental. Los sistemas espectroscópicos permiten además el estudio del efecto de temperatura y de deformación del cristal.

El diseño de espectrómetros para este tipo de estudio es actualmente suficientemente conocido (2) (3), no ofreciendo usualmente dificultad en la determinación de criterios de elección. Sin embargo, una situación distinta se presenta cuando el problema es la elección del tipo de cavidad resonante más conveniente. Si bien existe una enorme variedad de diseños, no resulta en general posible obtener un diseño de cavidad resonante que permita realizar los distintos tipos de experiencias deseables, debiéndose recurrir usualmente a sistemas diferentes.

Por otra parte, un diseño adecuado para banda Q (35 GHz), no es necesariamente extendible a banda X (9.5 GHz), ambas de uso frecuente en espectroscopía EPR ó ENDOR. En diseños para trabajos de investigación donde es requerida la realización de EPR y ENDOR, con la muestra sometida a presiones axiales, a temperaturas entre 300 K y 1.3 K, resulta necesario cambiar fundamentalmente los criterios y materiales.

La cavidad resonante que describiremos a continuación, reúne las facilidades mencionadas.

DESCRIPCION

La cavidad resonante puede observarse en figura 1. El material utilizado en su construcción ha sido latón, obtenido de barras. Las paredes interiores han sido cubiertas con una delgada capa de oro (electrodepositado), con lo cual se obtiene un incremento del factor de calidad (Q), y mayor confiabilidad. La frecuencia de resonancia que hemos elegido es de 9.35 GHz, resultando entonces las dimensiones interiores, para 56.0 mm de diámetro, 22.40 mm de longitud. El factor Q medido resulta mayor que 11500. Como bobina de modulación (100 kHz) de campo magnético hemos dispuesto cuatro conductores de 0.5 mm de diámetro, distribuidos en forma concéntrica con la muestra; una adecuada elección de conexión entre ellos permite obtener modulación suficiente para 360° de rotación del campo magnético exterior.

El sistema generador de microondas/detector es acoplado a la cavidad resonante por un iris de dimensiones fijas (6.5 mm de diámetro, 0.35 mm de espesor) y un acople variable tipo Gordon (2) que permite compensar por diferentes muestras dentro de la cavidad.

La bobina ENDOR de radiofrecuencia se encuentra montada rígidamente sobre un tubo de poliestireno, concéntrico con la muestra; su diámetro es de 5 mm y tiene 10 vueltas con alambre de 0.35 mm de diámetro.

La muestra es montada en el extremo de una varilla de acero inoxidable 304, que es introducida desde el extremo superior del sistema resonante. La presión axial es transmitida a la muestra mediante esta varilla, y la carga se aplica sobre ésta mediante una palanca con relación de carga 1:5 es decir, por Kg. de peso se ejercen 5 Kg. sobre la varilla. Para una muestra típica, de 5 mm^2 de sección, la aplicación de 10 Kg. de carga sobre la palanca resulta ser de 10 Kg. mm^{-2} . Finalmente, para mediciones a temperatura de helio líquido, la cavidad resonante es ubicada dentro de un recipiente cerrado con posibilidad de introducir gas de intercambio.

OPERACION

La cavidad resonante tiene un factor de calidad (Q) mayor de 11500; el acople variable permite adaptar a voluntad las impedancias entre el generador y la cavidad, y entre ésta y el detector. Modulación de 100 kHz es proporcionada por el mismo amplificador lock-in, seguido de un amplificador de potencia con salida adaptada. En la figura 2 mostramos un espectro de EPR típico, obtenido con esta cavidad, la muestra es un cristal de Omg con impurezas del grupo del hierro. La sensibilidad en detección resulta comparable con aquella obtenida utilizando cavidades resonantes comerciales (por ej. Varian V-4331).

La presión es aplicada sobre la muestra (a través de la varilla porta muestra) por un sistema de palanca con una relación de 1:5, es decir, 5 kg. se aplican sobre la varilla por 1 kg. de carga. Con esta relación, para una muestra tipo de $5 \times 10^{-2} \text{ cm}^2$ de área, y para una carga de 10 kg. se ejerce sobre la muestra una presión de 1000 kg. cm^{-2} . La presión sobre la muestra es transmitida a la base de la cavidad resonante (ver figura 1) causando la deformación de la misma. La consecuencia de esto es que se observa una variación de la frecuencia de sintonía de la cavidad en función de la presión aplicada. La figura 3 muestra este efecto, que es de consideración sólo en los casos donde se requiere un alto grado de precisión en las mediciones. Un ejemplo de esto aparece en la determinación de los coeficientes spin-red de sexto orden para Gd^{3+} en cristales tipo fluorita. Hemos medido la transición $5/2 \leftrightarrow 3/2$, para $\text{Gd}^{3+}:\text{CaF}_2$, dirección (100). Para una carga de 350 kg. cm^{-2} , el corrimiento de la línea epr resulta ser $(H_p - H_0) / H_0 = -0.574 \cdot 10^{-5} \text{ kg}^{-1} \text{ cm}^2$. La variación relativa de frecuencia para ese valor de carga resulta ser $(\nu_p - \nu_0) / \nu_0 = -0.208 \cdot 10^{-5} \text{ kg}^{-1} \text{ cm}^2$. El corrimiento del valor del factor giromagnético g resulta ser, $(g_p - g_0) / g_0 = (\nu_p - \nu_0) / \nu_0 - (H_p - H_0) / H_0 = +0.366 \cdot 10^{-5} \text{ kg}^{-1} \text{ cm}^2$, para $p = (+1) \text{ kg cm}^{-2}$. Se deduce de estos datos que la no consideración de este efecto introduciría un error significativo.

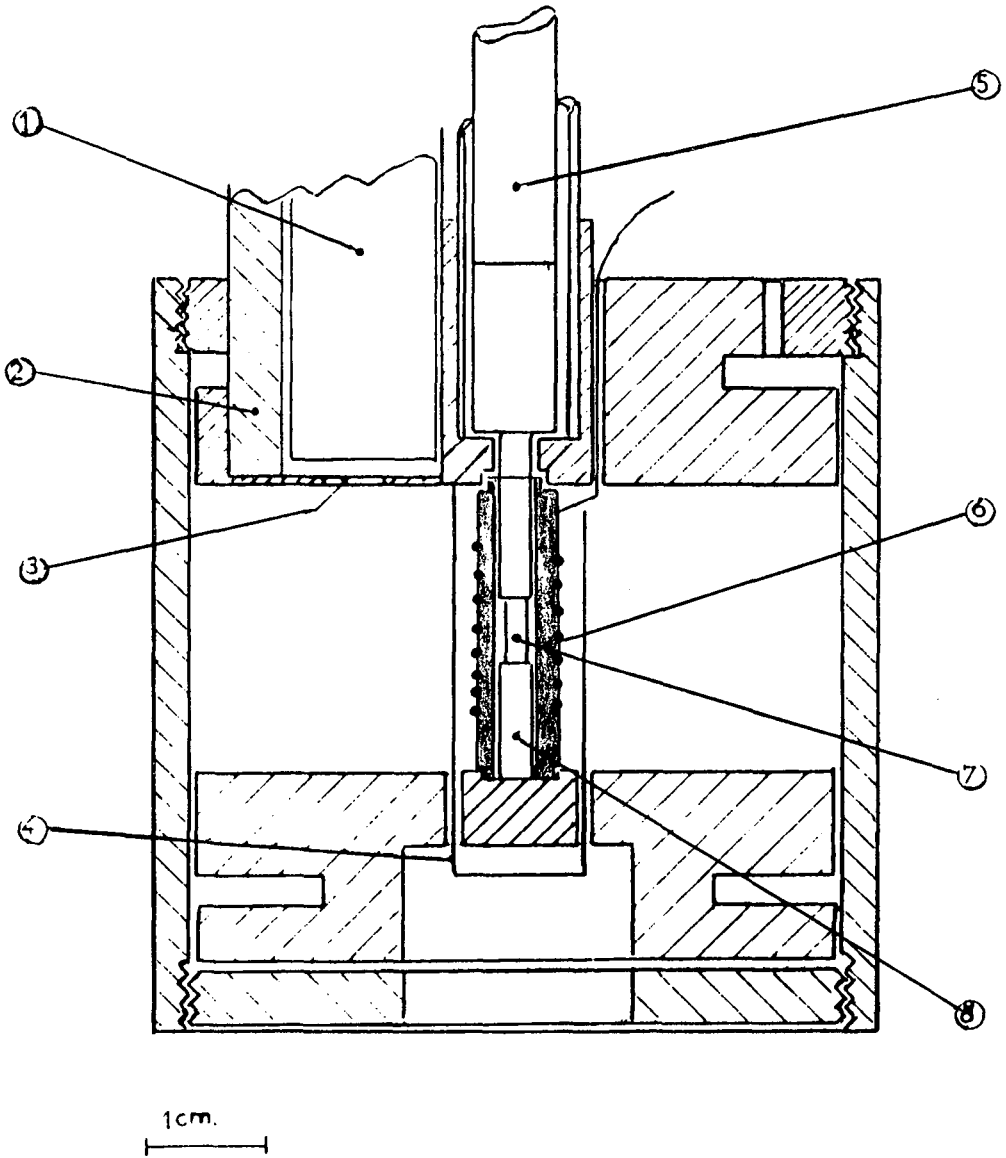


FIGURA 1

Sección longitudinal de la Cavity Resonante, (1) Acople tipo Gordon, (2) Guía de onda de sección reducida, (3) Iris de acople, (4) Bobina de modulación (100 kHz) de campo magnético, (5) Varilla de presiones y porta-muestra, (6) Bobina rf ENDOR, (7) Muestra, (8) Pedestal de poliestireno.

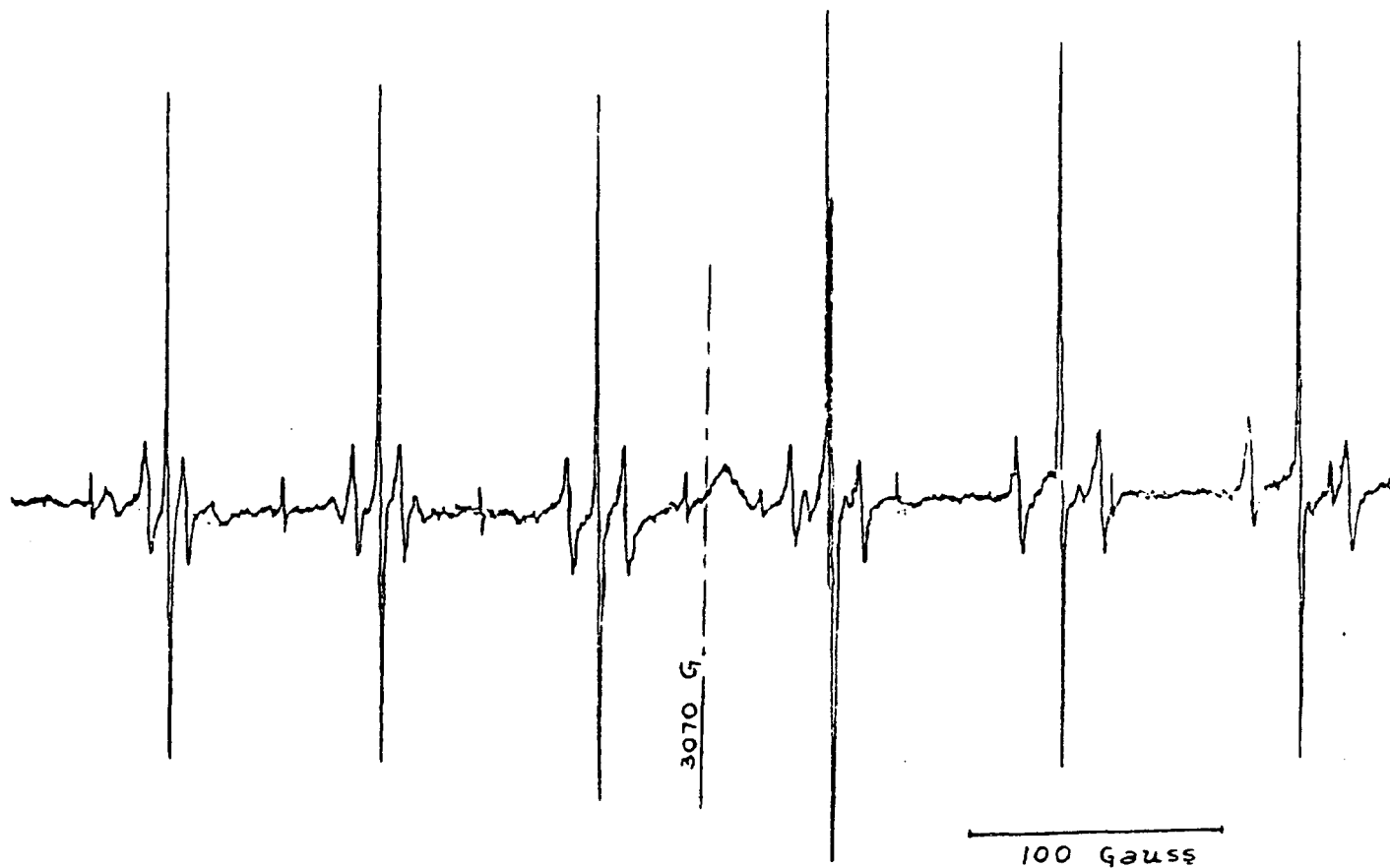


FIGURA 2

Espectro de EPR, cristal de OMg, campo magnético exterior según 100, donde puede observarse la presencia de impurezas de 51V^{+2} , 55Mn^{+2} , y iones par-par de Cr^{+3} .

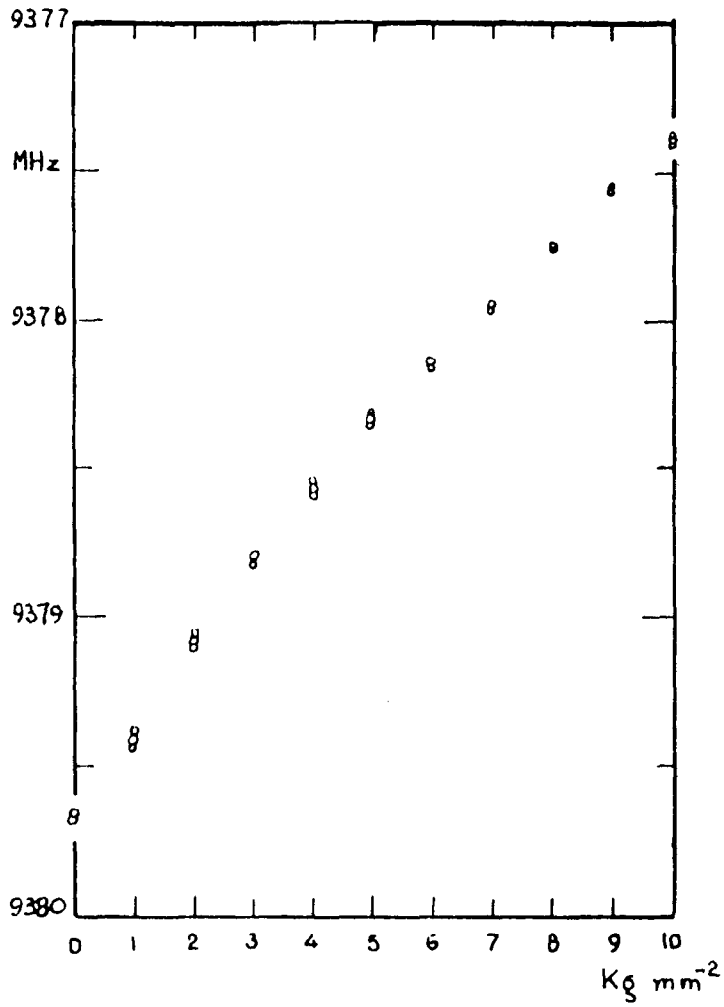


FIGURA 3

Variación de la frecuencia de resonancia de la Cavity Resonante como función de la presión aplicada.

AGRADECIMIENTOS

Deseo mencionar mi agradecimiento, al Sr. F.E. Tutzauer por su dedicación en la construcción del sistema descripto, y al Sr. N. Miazzi por su colaboración en las pruebas de funcionamiento. Este trabajo ha sido parcialmente financiado por la O.E.A. y la O.I.E.A.

BIBLIOGRAFIA

1. A. ABRAGAM y B. BLEANEY, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Ions*, Clarendon Press, Oxford 1970.
2. R. S. ALGER, *Electron Paramagnetic Resonance*, Interscience 1968.
3. C. P. POOLE Jr., *Electron Spin Resonance*, Interscience 1967.