

HOENEISEN, BRUCE DR.
CEVALLOS, MARIO ING.

ESCUELA POLITECNICA NACIONAL

RESUMEN

Se describen los equipos contruidos y la tecnología desarrollada para efectuar medidas de resonancia magnética de electrones. Una particularidad de la cavidad de microondas contruida es que tiene dos modos de oscilación a la misma frecuencia, lo que permite medir el signo de las resonancias. En particular se midió el signo de la relación giromagnética del electrón.

1.- INTRODUCCION

A mediados de 1981 decidimos iniciar investigación en el área de la resonancia magnética de electrones. El primer paso fue el diseño y construcción de un electroimán, de una cavidad resonante de microondas y de un amplificador detector. Enseguida se montó el experimento con equipos de microondas existentes en la Escuela Politécnica Nacional. Luego fue necesario establecer la tecnología: se optimizó la cavidad resonante plateándola y haciendo ajustables los acoplamientos; se optimizaron los acoplamientos; se hizo un avellanado a los polos del electroimán para reducir la dispersión de las líneas de inducción magnética; se optimizó el método de detección electrónico; se transformó el generador de microondas disponible en un generador de barrido; y se desarrolló la tecnología de la preparación de las muestras. De esta forma se pudo detectar cambios en la potencia de microondas perdida en la muestra 10^4 veces menor que la potencia perdida en la cavidad. Además se pudo determinar el signo de las resonancias gracias a que la cavidad tiene dos modos de oscilación que producen un campo rotatorio.

Se midieron un total de 82 muestras de los tipos más variados: impurezas paramagnéticas en piedras preciosas, sales paramagnéticas, minerales, ferritas, químicos orgánicos y radicales obtenidos por radiación de neutrones.

En este artículo detallamos las características de los equipos contruidos y la tecnología establecida con el fin de que otros grupos de investigación hagan uso de estas instalaciones. Además señalamos el primer resultado de este trabajo: la determinación experimental del signo de la relación giromagnética del electrón.

2.- TEORIA

Se sitúa una muestra en una inducción magnética constante B_0 y en una inducción magnética o campo eléctrico variable de frecuencia angular ω . A ciertos valores

$\omega = \omega_0(B_0)$ se observa absorción de potencia y dispersión en la muestra. A este grupo de fenómenos se les llama resonancia magnética. Distinguimos los siguientes tipos de resonancia magnética (1):

- a) Resonancia magnética nuclear.
- b) Resonancia cuádrupolar nuclear.
- c) Resonancia de spin de electrones.
- d) Resonancia ferromagnética.
- e) Resonancia anti-ferromagnética.
- f) Resonancia ferrimagnética.
- g) Resonancia por efecto Zeeman (estructura fina).
- h) Resonancia ciclotrónica de electrones libres en metales.
- i) Resonancia ciclotrónica de electrones y huecos en semiconductores.
- j) Resonancia ciclotrónica de iones en gases a baja presión.
- k) Resonancia de intercambio en ferritas.

En la tabla 1 se indican frecuencias e inducciones magnéticas típicas a las cuales se observan cada una de estas resonancias (1).

a	Entre 0,03 y 50 MHz a 1T (10.000 Gauss)
b	Menor que \approx 100 MHz y relativamente independiente de B_0 .
c	Entre 0,2 y 0,4T a 9 GHz.
d	Aproximadamente 0,3T a 9 GHz.
e	Entre 200 y 2000 GHz e independiente de B_0 .
f	Aproximadamente 0,3T a 9 GHz.
g	B entre 0 y más de 2T a 9 GHz.
h*	Entre 0,1 y 1T a 27 GHz.
i*	Entre 0,04 y 1T a 24 GHz.
j	Del orden de 7 MHz a 0,9T.
k	Frecuencia (?) independiente de B_0 .

Tabla 1. Frecuencias e inducciones magnéticas típicas a las cuales se observa cada tipo de resonancia magnética (ver texto).

* Estas resonancias requieren bajas temperaturas para ser observadas.

En la Tabla 2 se indican las propiedades de la cavidad construída y de una cavidad que está en construcción, y las inducciones magnéticas obtenibles en cada caso con el electroimán construído. Estudiando estas Tablas se concluye que en el equipo construído es posible en principio observar resonancia de spin de electrones, resonancia ferromagnética y ferrimagnética, y resonancia por efecto Zeeman (estructura fina).

	Cavidad #1 (construída)	Cavidad #2 (en construcción*)
Frecuencia:	9 GHz fija	82 a 124 GHz ajustable
Determinación del signo de la resonancia	Si	No
Entrehierro	42 mm	14 mm
Inducción magnética	0,02 a 0,33T ajustable	0,02 a 0,8T ajustable
Temperatura	ambiente	ambiente

Tabla 2. Las dos cavidades resonantes se complementan entre sí.

* La cavidad en construcción es parte de la tesis de Pablo Peñafiel.

Hasta el momento hemos observado resonancia de spin de electrones y resonancia por efecto Zeeman (estructura fina). Describimos brevemente la física de estas resonancias:

Resonancia de spin de electrones.

Consideremos una partícula elemental de masa m , carga eléctrica e , momento angular \vec{L} y dipolo magnético $\vec{\mu}$. Se define la relación giromagnética γ y el factor g de Landé de la partícula de la siguiente forma:

$$\vec{\mu} = \gamma \vec{L},$$

$$\gamma = g e/2m.$$

En una inducción magnética constante \vec{B}_0 el dipolo magnético y el momento angular preceden en torno de \vec{B}_0 con velocidad angular

$$\vec{\omega}_0 = -\gamma \vec{B}_0.$$

Para el electrón libre se tiene $g = +2,0023$ y $e < 0$ de manera que $\gamma < 0$ y $\vec{\mu}$ tiene el sentido contrario de \vec{L} . Por lo tanto el electrón libre tiene una frecuencia de precesión de 9 GHz en una inducción magnética de 0,32T (3200 Gauss).

En el experimento aquí descrito no se utilizan electrones libres, sino electrones no "apareados" de iones paramagnéticos.

Por ejemplo el sulfato de manganeso ($MnSO_4$) es una sal iónica. El ión Mn^{++} tiene 23 electrones; 18 de ellos están "apareados" y no contribuyen al momento angular ni al dipolo magnético del ión (2 están en la capa $n = 1$, 8 están en la capa $n = 2$, 2 tienen $n = 3$ y $\ell = 0$, y 6 tienen $n = 3$ y $\ell = 1$). Los 5 electrones restantes tienen $n = 3$ y $\ell = 2$ y no están "apareados". Según las reglas de Hund estos 5 electrones tienen sus "spin" alineados y no tienen momento angular orbital neto. (Los químicos resumen todo esto indicando que el ión Mn^{++} tiene una configuración electrónica $n \ell^5 = 3d^5$, y un nivel básico, o sea de menor energía, $2S+1L_J = 6S_{5/2}$).

En resumen los 5 electrones no "apareados" dan al ión Mn^{++} un momento angular total y un dipolo magnético total 5 veces los de un electrón. Por lo tanto el ión Mn^{++} exhibe resonancia de spin de electrones con la misma relación giromagnética que un electrón libre.

Para observar esta resonancia se aplica a la muestra una inducción magnética constante $B_0 = B_0 \hat{e}_z$ y una inducción magnética rotativa perpendicular a \vec{B}_0 de magnitud constante B_1 y que gira en el sentido de la precesión con velocidad angular ω :

$$\vec{B} = B_0 \hat{e}_z + B_1 (\hat{e}_x \cos \omega t + \hat{e}_y \sin \omega t).$$

La densidad de dipolo magnético \vec{M} de la muestra satisface las ecuaciones diferenciales de Bloch que definen los tiempos de relajación longitudinal T_1 y transversal T_2 :

$$dM_z/dt = \gamma |\vec{M} \times \vec{B}|_z + (M_0 - M_z)/T_1$$

$$dM_x/dt = \gamma |\vec{M} \times \vec{B}|_x - M_x/T_2$$

$$dM_y/dt = \gamma |\vec{M} \times \vec{B}|_y - M_y/T_2.$$

Si $B_1 = 0$ se tiene $M_z = M_0$ y $M_x = M_y = 0$ en régimen permanente. Para B_1 suficientemente pequeño ($B_1 \ll 1/\sqrt{\gamma^2 T_1 T_2}$)

la potencia media perdida en la muestra debido a la resonancia por unidad de volumen en régimen permanente es ⁽¹⁾

$$P = \frac{\gamma M_0 T_2 \omega}{1 + (\omega_0 - \omega)^2 T_2^2} B_1^2.$$

Note que la potencia perdida en la muestra es máxima en $\omega = \omega_0 = -\gamma B_0$ y se reduce a la mitad de su valor máximo en $\omega = \omega_0 \pm 1/T_2$. Para B_1 arbitrario se tiene

$$P = \frac{\gamma M_0 T_2 \omega_0}{1 + \gamma^2 T_1 T_2 B_1^2} B_1^2$$

en resonancia ($\omega = \omega_0$), de manera que la potencia perdida en la muestra se satura a

$$B_1 > 1/\sqrt{\gamma^2 T_1 T_2}.$$

En nuestro experimento es posible medir γ (incluyendo su signo) y T_2 . No disponemos de suficiente potencia de microondas para saturar la muestra y medir T_1 . No se puede medir comparando la amplitud de la resonancia de la muestra con la de una sustancia de prueba. La estructura hiper-fina de la resonancia determina el spin del núcleo del ión paramagnético.

Resonancia por efecto Zeeman (estructura fina)

Vamos a describir un hermoso ejemplo. Consideremos un cristal de rubí. Este cristal es Al_2O_3 , con una pequeña fracción de iones Al^{+++} sustituidos (?) por iones Cr^{+++} . Estas impurezas de cromo, que son paramagnéticas, dan el color rojo al rubí. El ión Cr^{+++} tiene 21 electrones. 18 de ellos están "apareados" tal como en el caso del ión Mn^{++} . Los 3 electrones restantes tienen $n = 3$ y $l = 2$ y, de acuerdo a las reglas de Hund, tienen un estado de menor energía con los "spin" alineados ($S = 3/2$), momento angular orbital $L = 3$ y momento angular total $J = |L - S| = 3/2$. Hemos expresado los momentos angulares en unidades de \hbar . Por lo tanto el ión Cr^{+++} tiene una configuración electrónica $3d^3$ y un nivel básico $^4F_{3/2}$.

El ión Cr^{+++} en el estado básico puede tener $2J + 1 = 4$ orientaciones respecto de la inducción magnética aplicada $B_0 = B_0 \hat{e}_z$. Las componentes $\pm z$ del momento angular total son $M = 3/2, 1/2, -1/2$ y $-3/2$ respectivamente. La energía de estos estados cuánticos del ión Cr^{+++} en rubí dependen de la inducción magnética aplicada, debido al efecto Zeeman, como se indica en la figura 1(2).

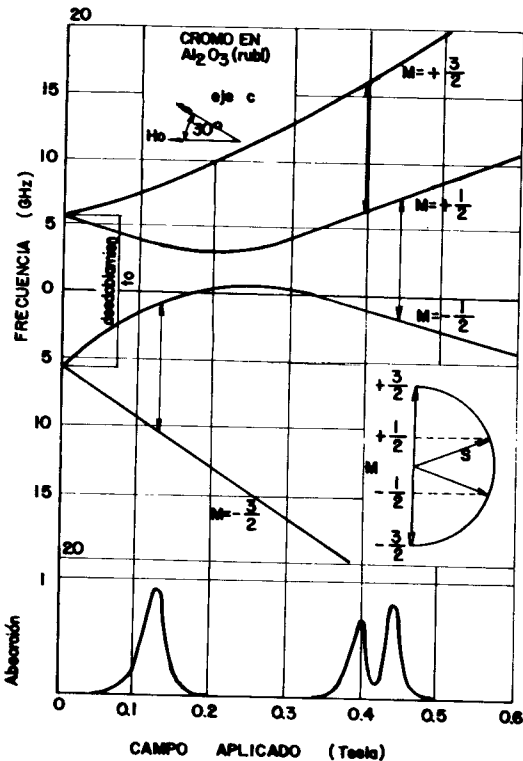


Figura 1. Energía del ión Cr^{+++} en rubí en función de la inducción magnética aplicada para cada una de las 4 posibles orientaciones del ión. Las flechas indican transiciones con $\Delta M = \pm 1$ y energía hf_0 con $f_0 = 9,375GHz$. Tomando de la referencia (2).

El ión Cr^{+++} puede efectuar transiciones en tres niveles con $\Delta M = \pm 1$ ya que los fotones absorbidos o emitidos tienen componente $-z$ del momento angular igual a $\pm \hbar$. La resonancia ocurre a valores de B_0 a los cuales dos estados con $\Delta M = \pm 1$ tengan una separación de energía $\hbar \omega_0$ como se indica en la figura 1.

Analicemos la resonancia a 0,13T. Los iones Cr^{+++} en el estado menos energético y más poblado $M = -3/2$ absorben fotones de energía $\hbar \omega_0$ y "saltan" al estado $M = -3/2 + 1 = -1/2$. En esta transición aumentan su componente z del momento angular total en \hbar , de manera que absorbieron fotones que giran en el sentido $+z$. Por lo tanto esta resonancia ocurre cuando el campo rotatorio gira en el sentido de B_0 (lo que corresponde a γ negativo).

3.- EXPERIMENTO

El montaje experimental para la determinación de la resonancia magnética de electrones se muestra en la Figura 2; en la Tabla N° 3 se indican los equipos utilizados.

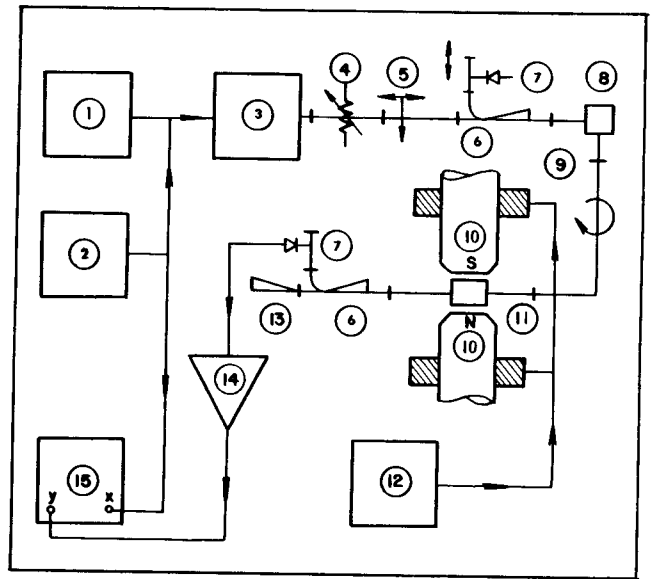


Figura 2. Montaje experimental para mediciones de resonancia magnética de electrones.

Procedimiento Experimental.-

Como se indicó, para determinar la resonancia magnética de electrones se requiere el concurso de un campo magnético de frecuencia en el rango de las microondas (10^9 Hz) y de un campo magnético continuo B_0 . El campo alterno se obtiene de un oscilador de microondas a Klystron (3)*, acoplado a una cavidad resonante cilíndrica (11) excitada con dos modos de oscilación a la misma frecuencia y en cuadratura en el espacio y el tiempo.

* Los números indicados de esta manera corresponden a los equipos detallados en la Fig. 2.

TABLA N° 3

Detalle del equipamiento experimental para resonancia magnética de electrones.

INDICATIVO	EQUIPO	MARCA	MODELO	OBSERVACIONES
1	Fuente para Klystron	Sivers Lab	SL 5405 B	
2	Oscilador de audio	Krohn Hite	440 A	
3	Oscilador a Klystron	Sivers Lab	SL 5600 C	
4	Atenuador ajustable 0 - 35 db	Sivers Lab	SL 5830/2	
5	Guía ranurada	Sivers Lab	SL 5341/1 D	
6	Acoplador direccional	Hewlett Packard	HP X752A	Se requieren 2
7	Detector sintonizable	Hewlett Packard	HP X485 B	Se requieren 2
8	Union rotatoria	Sivers Lab	SL 7843	
9	Giro de guía 90°	Philips	PP 4035 X	
10	Electroimán			Construcción Nacional
11	Cavidad resonante			Construcción Nacional
12	Fuente de poder	Hewlett Packard	HP 6443B	Se requieren 4
13	Carga acoplada	Sivers Lab	SL 5056/2	
14	Amplificador detector			Construcción Nacional
15	Osciloscopio	Tektronix	561 A	

Con excepción de los equipos señalados con los números 10, 11 y 14 que fueron diseñados y construidos específicamente para este experimento el resto de los equipos pertenecen al Laboratorio de Microondas de la Facultad de Ingeniería Eléctrica.

De esta forma se consigue un campo magnético de microondas rotatorio, que a más de posibilitar la determinación de la resonancia magnética permite determinar el signo de la relación giromagnética del electrón (signo de γ).

La cavidad, en cuyo interior se colocan las muestras a analizarse, se introduce en el entrehierro del electroimán (10) de manera que el campo magnético continuo B_0 esté en dirección perpendicular al plano de rotación del campo alterno.

Para la experimentación se podrían optar por dos procedimientos. Uno sintonizando la fuente de microondas a la frecuencia de resonancia de la cavidad y detectando el incremento de pérdidas en la cavidad cuando la muestra está en resonancia; el otro, utilizando un generador de barrido centrado para la frecuencia de la cavidad y de terminando las variaciones de la curva de resonancia de la cavidad. Dadas las características de estabilidad de frecuencia del Klystron a disposición, el primer procedimiento no es aplicable. Para el segundo en cambio fue necesario transformar el generador de microondas disponible en un generador de barrido aprovechando las características de oscilación del Klystron. Para esto se incluyó en serie con la fuente de reflector una señal alterna en el rango

de 10 a 1000 Hz (2). De esta manera se logró operar al Klystron en el modo principal con un barrido de alrededor de 12 MHz a cada lado de la frecuencia de la cavidad. La señal de salida del generador de barrido, cuya amplitud puede regularse con un atenuador variable (4), se acopla a la cavidad. Mediante un acoplador direccional (6) con un detector a diodo (7) conectado al ramal auxiliar de onda directa se obtiene una señal proporcional a la absorción de la cavidad.

Esta señal, que reproduce la curva de resonancia de la cavidad, se amplifica (14) y se visualiza en el osciloscopio (15) sincronizándolo a la frecuencia de barrido del Klystron.

Una vez obtenida la curva de resonancia se varía la inducción magnética del electroimán B_0 para obtener la resonancia magnética de la muestra. Esta resonancia ocasiona un incremento de pérdidas dentro de la cavidad debido a que la muestra, al entrar en resonancia, absorbe energía del campo electromagnético de microondas. Este incremento de pérdidas se manifiesta en la curva de resonancia de la cavidad por un ensanchamiento de la curva (reducción del factor de calidad) y por una reducción de su amplitud (Δx); estas dos variaciones nos proveen la información para determinar cua

litativa y cuantitativamente la naturaleza de la resonancia en la muestra de experimentación. En la Figura 3, se indican cualitativamente las formas de onda que se obtienen en las diferentes fases de la experimentación.

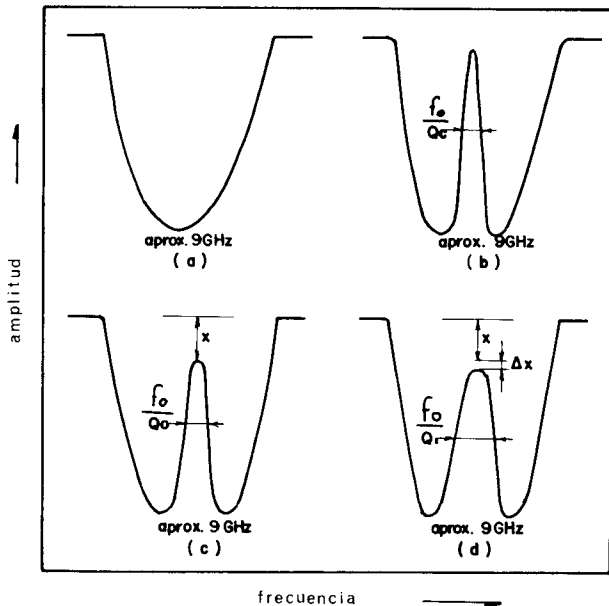


Figura 3. Curvas cualitativas obtenidas en las diferentes fases de la experimentación.

- Modo de oscilación del Klystron $f_0 \approx 9$ GHz, $\Delta f \approx 12$ MHz.
- Curva de resonancia de la cavidad sin muestra.
- Curva de resonancia de la cavidad con muestra sin aplicación del campo continuo.
- Curva de resonancia de la cavidad con la muestra en resonancia.

Para la evaluación cuantitativa de la resonancia magnética se requiere determinar en forma precisa la variación Δx (Fig. 3d) en función del campo magnético continuo B_0 . La variación máxima de Δx en resonancia es del orden del 1% de la amplitud total de la curva. Por consiguiente es necesario implementar un sistema de detección que nos permita reproducir esta variación en una escala ampliada.

Los detalles de este sistema y de otros componentes que se diseñaron para el experimento de indicar en las secciones siguientes:

Cavidad Resonante.-

Dadas las características del experimento la cavidad resonante debe satisfacer ciertos requerimientos especiales respecto a factor de calidad, orientación y dependencia geométrica del campo magnético de microondas en el interior de la misma. Dentro de estos requerimientos resaltamos los siguientes: El factor de calidad debe ser del orden de 5000 o más, el campo magnético debe ser máximo en el sitio de la mues-

tra, ser rotatorio en el plano de la muestra y con una orientación tal que permita introducir el campo continuo B_0 perpendicular al plano de rotación.

Además de estos requisitos para el campo de microondas la cavidad debe presentar ciertas características físicas y geométricas que faciliten su acoplamiento a la fuente de microondas y el trabajo en su interior para la introducción, posicionamiento y cambio de muestras.

De las varias posibilidades para cavidades, tanto rectangulares como cilíndricas, se determinó que la que mejor satisface los requerimientos es una cavidad cilíndrica operando en el modo TE_{111} , si bien esta cavidad no tiene el campo magnético rotatorio, este requisito se satisface si se acoplan a la cavidad dos modos de oscilación excitados en cuadratura, o sea con un desfase de 90° . Para esto se excita la cavidad mediante dos puntas de prueba separadas en $3/4 \lambda_g$. Estas puntas de prueba a la vez deben permitir variar el acoplamiento de energía de la fuente de microondas a la cavidad y un ajuste de sintonía de manera que los dos modos de oscilación estén a la misma frecuencia.

Para estos ajustes las puntas de prueba están constituidas por dos pequeñas antenas localizadas en un orificio común entre las paredes de la cavidad y la guía principal, con una orientación paralela al campo eléctrico. Los ajustes de acoplamiento y sintonía se logran variando la penetración de estas antenas en la cavidad.

En la figura 4 se muestra en forma esquemática el detalle de la cavidad, la distribución de los campos internos y el sentido de giro del campo rotatorio.

Para el acoplamiento de los dos modos en cuadratura se utilizó un codo en el plano E en la guía rectangular, el mismo que fue diseñado para este propósito particular, para efectos de conseguir el espaciado apropiado entre los acoplamientos ($3/4 \lambda_g$) a la frecuencia de 9 GHz. Las dimensiones del codo determinan el radio de la cavidad y por consiguiente la altura requerida para obtener la resonancia a la frecuencia seleccionada (9 GHz).

Para el trabajo en el interior, la cavidad está provista de una tapa roscada en el plano superior. Para localizar las muestras siempre en el mismo sitio se hizo una pequeña muesca de 5 mm de diámetro por 1 mm de profundidad en el plano inferior. Una vez terminada la cavidad se la pulió con lija de agua muy fina y se la plateó con sal níquel de plata. El factor de calidad cargado que se logró obtener está entre 5000 y 6000. Conviene indicar que todas las piezas fueron construidas en bronce, puesto que no pueden existir piezas de material magnético.

En la Tabla N° 4 se indican las frecuencias de oscilación de otros modos (indeseables) que pueden excitarse dentro de la cavidad. Como se observa la separación de frecuencia de estos modos es suficientemente amplia pa-

ra garantizarnos la operación unicamente en los dos modos TE_{111} a la frecuencia de 9 GHz.

TABLA N° 4

Posibles modos cercanos en la cavidad resonante

CORTE A-A

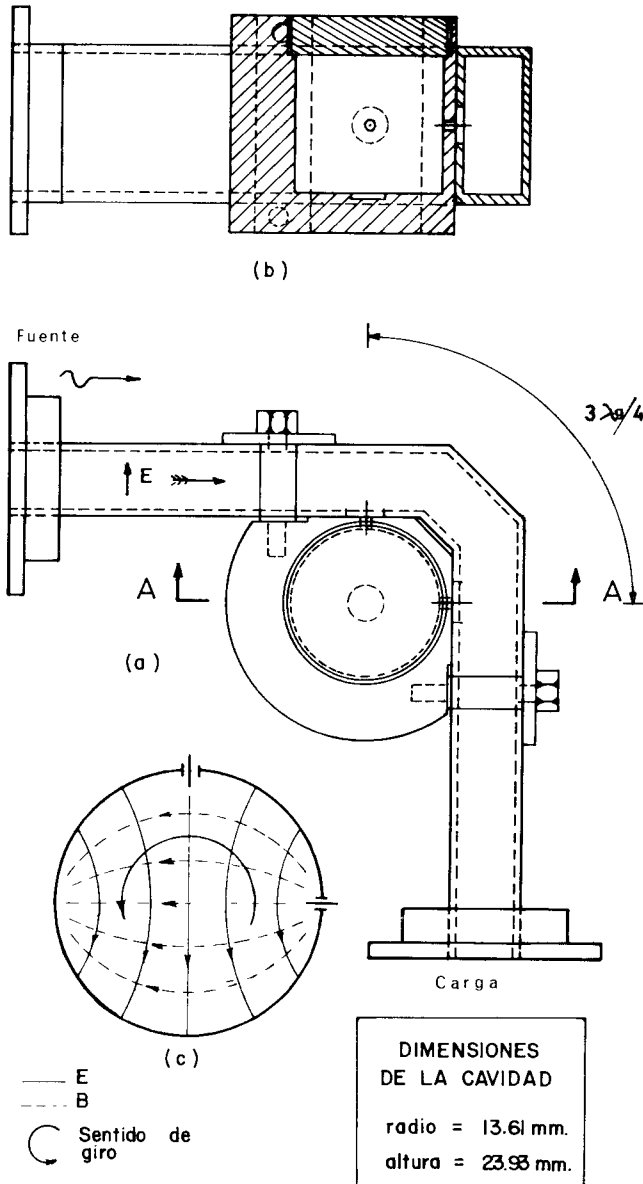


Figura 4. Cavidad resonante y codo de acoplamiento.

- (a) Vista superior
- (b) Corte
- (c) Distribución de los campos internos y sentido de giro del campo rotatorio.

Electroimán.-

Las dimensiones de la cavidad y su frecuencia de resonancia nos permiten determinar los parámetros principales para el diseño del electroimán, entre estos la longitud del entrehierro que debe ser ligeramente superior a la altura de la cavidad para facilitar la introducción de la misma y la

MODO	FRECUENCIA DE RESONANCIA GHZ	SEPARACION RESPECTO AL MODO TE_{111}	OBSERVACIONES
TE_{111}	8,994	--	modo deseado
TE_{211}	12,4	3,4 GHz	modo indeseado
TM_{010}	8,43	596 MHz	modo indeseado
TM_{011}	10,5	1,5 GHz	modo indeseado
TM_{110}	13,4	4,4 GHz	modo indeseado

inducción magnética B_0 requerida para conseguir las resonancias en las muestras son los factores determinantes. Estos valores son 42 mm para el entrehierro y una inducción magnética de por lo menos 0,32 Tesla. Estos valores conjuntamente con la disponibilidad de fuentes de continua para la excitación del electroimán determinaron el calibre del alambre y el número de vueltas.

En vista de que no se dispone de mayor información sobre la dispersión del campo para un entrehierro de la magnitud requerida se sobre dimensionó el número de vueltas para asegurar que la inducción magnética efectiva en el sitio de la muestra, supere el valor pre-establecido (0,32 Tesla).

Para efectos de acoplar el electroimán a diferentes fuentes de excitación se lo construyó con varias bobinas independientes. De esta forma es posible realizar combinaciones serie-paralelo, dependiendo del tipo de fuente. Esta construcción además nos permite utilizar una de estas bobinas para modular (barrer) el campo magnético con una señal alterna de baja frecuencia (1 a 5 Hz), para determinar directamente las curvas de resonancia de las muestras.

Las bobinas tienen acceso desde una tira de terminales en la que se colocaron chisperos para cada bobina a fin de proteger el instrumental y al operador de descargas que pueden ocurrir si por cualquier razón se desconecta subitamente la alimentación.

En la construcción de las bobinas se utilizó alambre calibre 22 que permite trabajar en forma continua con una corriente de 0,5A en cada bobina y con corrientes de hasta 1,5 A durante períodos cortos.

El número total de espiras calculado es de 37.440, lo que requirió de 120 libras de alambre. En cuanto al núcleo, se lo construyó con láminas de transformador de acero con 4% de silicio. El peso requerido es aproximadamente 100 libras. La estructura

para el soporte del electroimán se construyó con láminas y perfiles de aluminio con el objeto de evitar trayectorias de fuga para el campo magnético.

Originalmente se construyeron los polos en forma de prisma rectangular, pero se determinó que existía un excesivo flujo de fuga por las aristas de los polos. Esto llevó a realizar un avellanado a 45° en todas las aristas consiguiéndose de esta manera redu-

cir el flujo de fuga.

En la Figura 5 se muestra en forma esquemática el electroimán con la distribución de las bobinas y la identificación de sus terminales en la tira de conexiones, así como la curva de calibración B vs I para la posición en que estará la muestra a analizarse.

En la Tabla N° 5 se indican los detalles y características del electroimán.

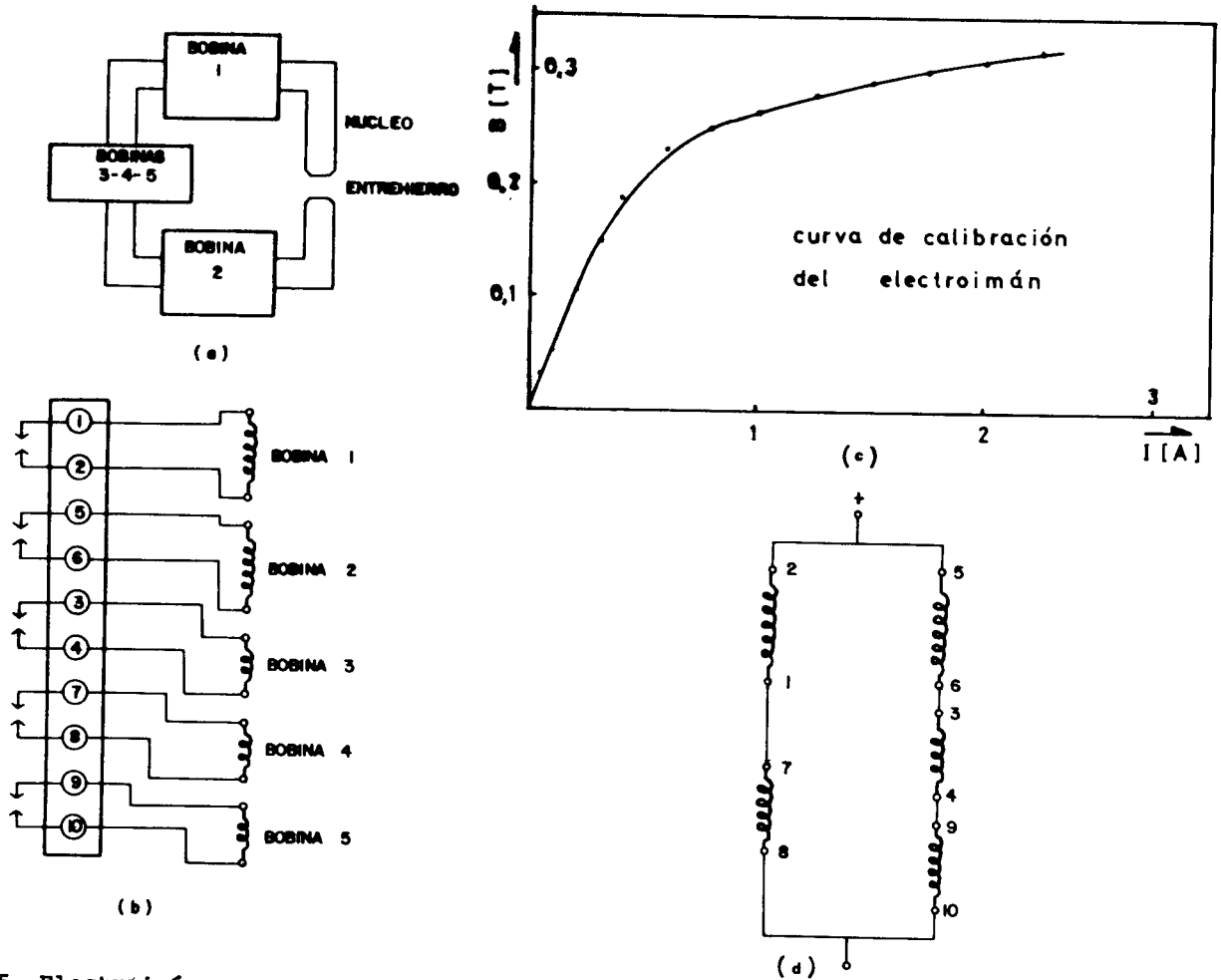


Figura 5. Electroimán.

- (a) Distribución de las bobinas.
- (b) Identificación de los terminales.

- (c) Curva de calibración.
- (d) Conexión de las bobinas en este experimento.

TABLA N° 5

Detalles constructivos y características del electroimán

N° de Bobina	Espiras	Terminal negativo	Terminal positivo*	Resistencia ohms
1	14.040	1 - 2	2	303
2	14.040	5 - 6	5	300
3	3.848	3 - 4	3	73,5
4	3.848	7 - 8	7	112,3
5	1.664	9 - 10	9	61,8

* Se señala como terminal positivo aquel que conectado al terminal positivo de la fuente produce un campo hacia arriba en el entrehierro.

Amplificador Detector.-

Se indicó que la variación de la amplitud de la curva de resonancia cuando la muestra está en resonancia, era tan pequeña que no permitía cuantificarla con precisión. Para conseguir un escalamiento adecuado de esta variación se construyó el amplificador detector mostrado en la Figura 6.

La particularidad más significativa de este amplificador es que gracias a la introducción de un voltaje de desplazamiento en la primera etapa nos permite visualizar en escala ampliada solamente las variaciones del pico de la curva de resonancia de la cavidad, cuando la muestra está en resonancia.

La operación de este amplificador se deta-

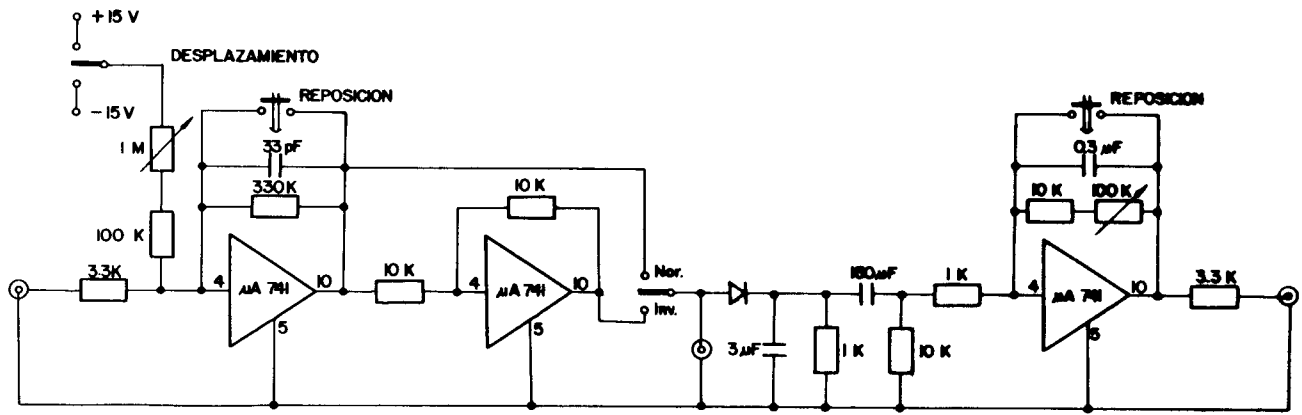


Figura 6. Amplificador Detector.

lla en las Figuras 7 (a), (b), (c) y (d).

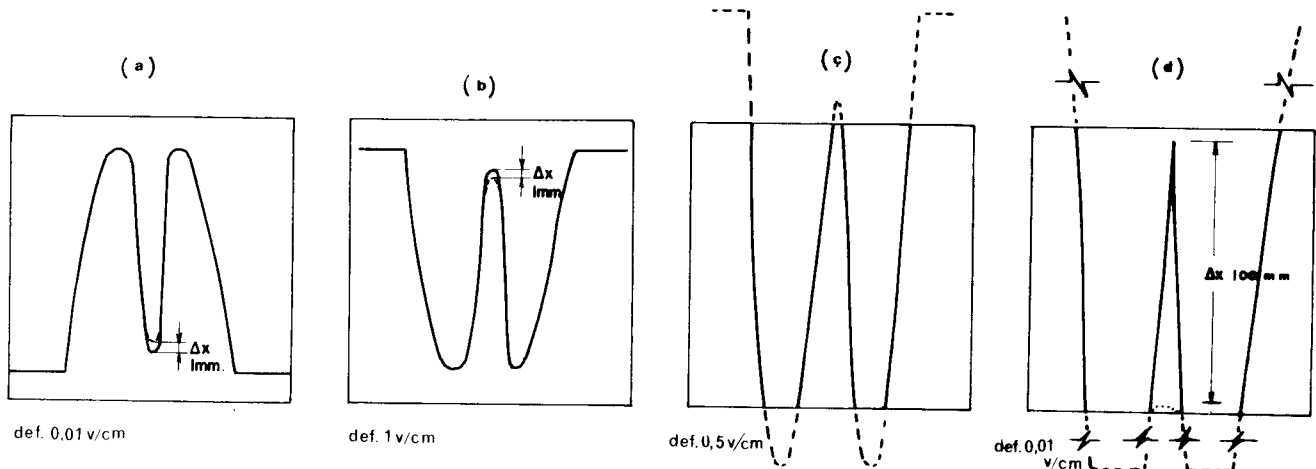


Figura 7. Representación esquemática de la operación del amplificador detector.

En la Figura 7 (a) se muestra la señal correspondiente a la curva de resonancia de la cavidad con la muestra tomada directamente del diodo detector. Para una deflexión del osciloscopio de 0,01 V/cm el desplazamiento Δx cuando la muestra está en resonancia es de 1 mm. En la Figura 7 (b) se muestra esta señal amplificada en 100 veces. Como puede notarse tenemos una señal proporcionalmente más grande (deflexión vertical 1 V/cm) pero el desplazamiento Δx sigue siendo 1 mm. Para lograr que este desplazamiento se presente con mayor amplitud en la pantalla, podríamos variar la posición de referencia del osciloscopio y reducir la deflexión vertical a valores menores. Con esto lograríamos en el mejor de los casos ampliar la resolución en un orden de dos y lo más probable es que la figura se salga de la pantalla perdiéndose la información, Figura 7 (c). Si introducimos el desplazamiento del amplificador y aumentamos la amplitud de la señal de entrada de manera de saturar el amplificador lo que corresponde a recortar los picos inferiores de la señal de entrada, variando la amplitud del desplazamiento podemos desplazar la línea de referencia del osciloscopio muy por encima de la pantalla y variar la deflexión vertical a valores más sensibles hasta lograr que la variación del pico de la resonancia Δx ocurra en toda la pantalla, Figura 7 (d). De

esta forma logramos cuantificar con mucha exactitud las variaciones de Δx en función del campo continuo. Con este procedimiento se obtuvieron las curvas que se muestran en los resultados experimentales.

Adicionalmente este amplificador está proyectado para determinar directamente la curva de resonancia de las muestras, utilizando un barrido de baja frecuencia en el campo magnético continuo. Para esta forma de medición, una vez que se ha determinado la inducción magnética B_0 para producir la resonancia en la muestra, se introduce un barrido sinusoidal alrededor de B_0 . Esto causa que el desplazamiento Δx varíe alternativamente sobre el nivel de referencia de la muestra fuera de resonancia dando origen a una señal modulada en amplitud cuya envolvente corresponde a la variación de la absorción de energía en la muestra. Esta señal se demodula y filtra convenientemente, se la amplifica en la tercera etapa del amplificador y se alimenta al osciloscopio. De esta forma logramos tener una indicación directa de la curva de resonancia magnética de la muestra. Este procedimiento tiene ciertas limitaciones especialmente por las inestabilidades de los equipos complementarios. Por esta razón no fue utilizado. En el circuito del amplificador se tiene

la etapa intermedia que constituye un amplificador inversor, el mismo que se utilizaría dependiendo de la forma de conexión que tenga el diodo detector en la gafa de onda.

Preparación de muestras.

Para la experimentación se seleccionó una amplia variedad de muestras: piedras preciosas (rubí, topacio, amatista, aguamarina, etc.), rocas con contenido de elementos paramagnéticos, compuestos químicos orgánicos e inorgánicos, ferritas, etc. Por las características físicas de las diferentes muestras fue necesario ensayar algunas alternativas para realizar las mediciones. Inicialmente se decidió por disolver los compuestos químicos a diferentes concentraciones e introducirlos en la cavidad en pequeños vasos de vidrio, diámetros entre 3 - 8 mm y 5 mm de altura. Este procedimiento no entregó resultados positivos primordialmente debido a que las pérdidas de microondas en el disolvente (agua) y en el vidrio son excesivas. Esto reduce significativamente el factor de calidad cargado de la cavidad y se torna inobservable la resonancia magnética de la muestra.

Para el análisis de rocas se cortaron trozos pequeños de formas geométricas regulares y simétricas, con volúmenes en el orden de 100 mm^3 . Con estas muestras tampoco se lograron identificar resonancias.

En cuanto a las piedras preciosas, se las midió en la forma natural que fueron proporcionadas. Como estas muestras son cristales casi puros, con un contenido muy pequeño de impurezas (elementos paramagnéticos) la absorción de energía de microondas en la cavidad es despreciable, siendo posible identificar muy claramente la resonancia magnética. La primera muestra en que se logró la resonancia fue el rubí.

Los resultados negativos de las primeras experiencias nos llevaron a descartar la utilización de agua, vidrio y trozos de rocas, y a buscar una tecnología apropiada para la preparación de muestras.

Una primera decisión fue convertir en polvo muy fino todas las muestras (excepto las piedras preciosas!). Para este objeto y debido a la dureza de las muestras se utilizó un mortero de agata. Luego se buscó un medio de introducir las en la cavidad sin que la contaminen. La solución alcanzada fue impregnar el polvo en cera de parafina, cuyas características de pérdida a la frecuencia de operación son mucho menores que las del vidrio o el agua. Para comparación se indican los valores del factor de disipación a 3 GHz:

Cera de parafina	0,00046
Vidrio	0,0054
Agua	0,157.

Para la preparación se mezcla la muestra pulverizada en parafina derretida y se vierte en un molde para obtener pequeñas pastillas cilíndricas de 4 mm de diámetro por 1 mm de espesor. Para este tamaño de muestra el campo eléctrico de microondas sobre la misma es prácticamente nulo de modo que las pérdidas de microondas en la cavidad con muestra se reducen substancialmente.

Con esta tecnología el factor de calidad cargado de la cavidad sin muestra es comparable con el factor de calidad de la cavidad con muestra, con lo cual se facilita notablemente la experimentación.

Observaciones Adicionales.

Se tomaron todas las precauciones necesarias para evitar resonancias "falsas": se instaló una acometida eléctrica independiente a las fuentes de poder del electroimán; se midieron varias muestras de cada tipo para verificar que los resultados fuesen reproducibles; se verificó que no hay "resonancias" con la cavidad fuera del entrehierro y con muestra, o con la cavidad dentro del entrehierro y sin muestra; se calibró el electroimán con un fluxómetro marca Sensitive Research Instrument Corporation, modelo FM, y se verificó esta calibración mediante un integrador construido para este efecto. Todas las medidas se efectuaron a la temperatura ambiente de 298 K y a una frecuencia cercana a 9 GHz. Se ajustaron los acoplamientos de tal forma que los dos modos tuviesen la misma frecuencia y que la cavidad esté apenas sub-acoplada.

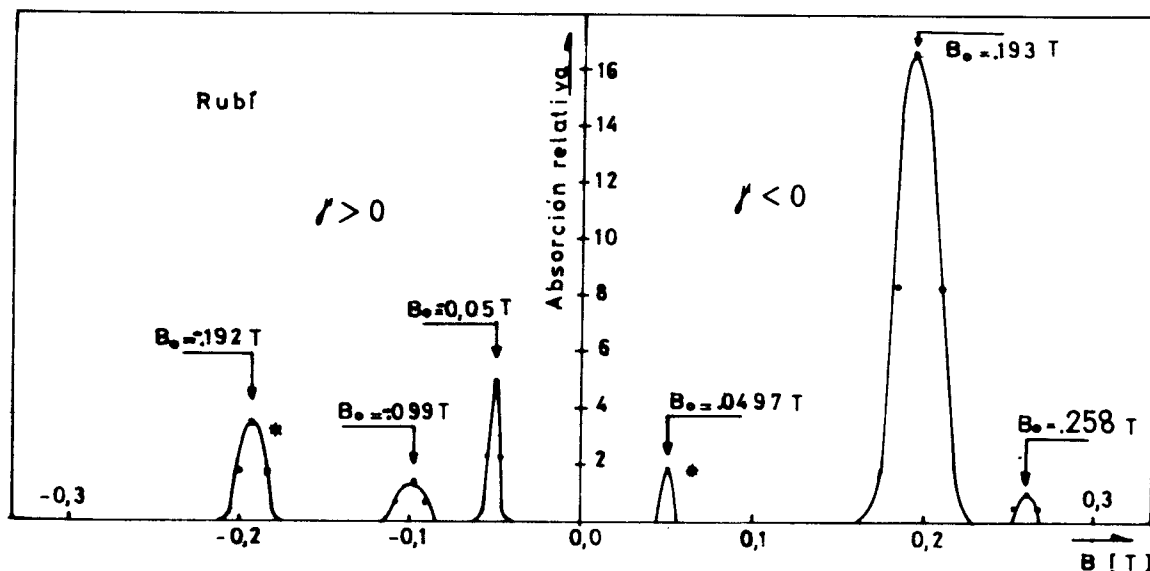


Figura 8. Rubí natural en forma de lenteja, sin facetas. Dimensiones 7,12 mm x 6,5 mm x 4,6 mm, masa 0,4116 gr. * Resonancias "falsas".

4.- RESULTADOS EXPERIMENTALES.

En las figuras 8 a 22 y en la tabla 6 se indican los resultados de algunas de las medidas efectuadas.

En la figura 8 se indican las 4 resonancias observadas en un rubí natural de 0,4116 gr en forma de lenteja y de dimensiones 7,12 mm x 6,25 mm x 4,60 mm. La muestra no tiene simetría cilíndrica. Por lo tanto para observar el signo de la relación giromagnética es necesario orientar el rubí en la dirección de uno de los acoplamientos y ajustar este acoplamiento hasta igualar las frecuencias de los dos modos de oscilación. Sin embargo las amplitudes de los modos de oscilación no resultan iguales y se observa (por ejemplo) una resonancia "falsa" a $B_0 = -0,1920T$ con la quinta parte de la amplitud de la resonancia verdadera a $B_0 = +0,1930T$.

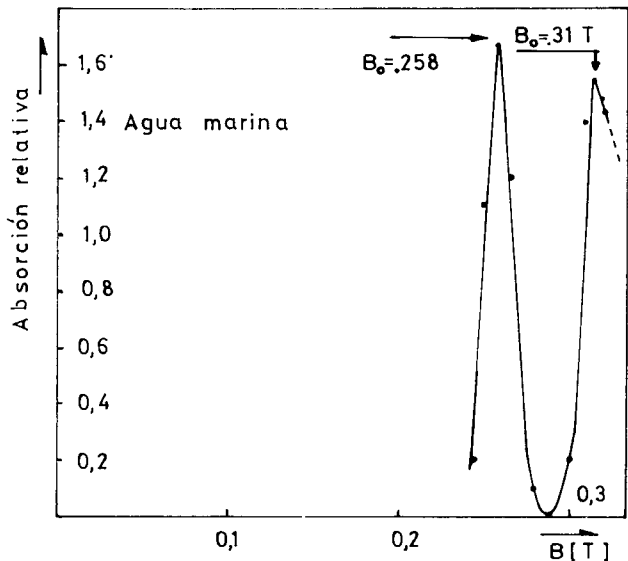


Figura 9. Aguamarina, forma ovalada, con facetas. Dimensiones: 9,7 mm x 7,46 mm x 5,34 mm, masa 0,479 gr.

Con muestras simétricas la relación entre las amplitudes de las resonancias observadas en B_0 y $-B_0$ es típicamente 10 a 20 de manera que el signo de la resonancia se ob

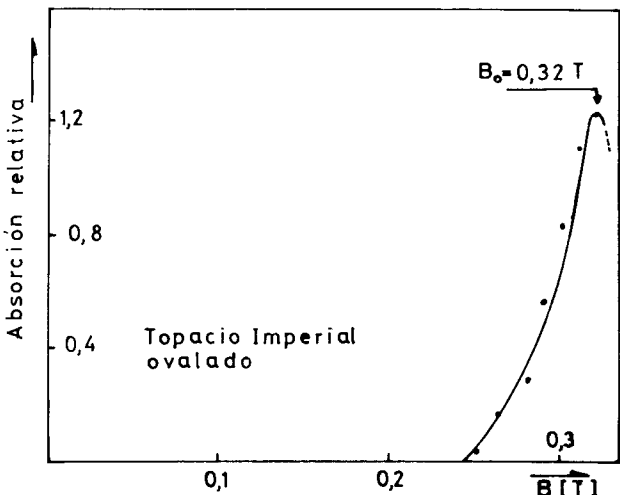


Figura 10. Topacio Imperial, forma ovalada, con facetas. Dimensiones: 11,05 mm x 9,85 mm x 6,45 mm, masa 0,78 gr.

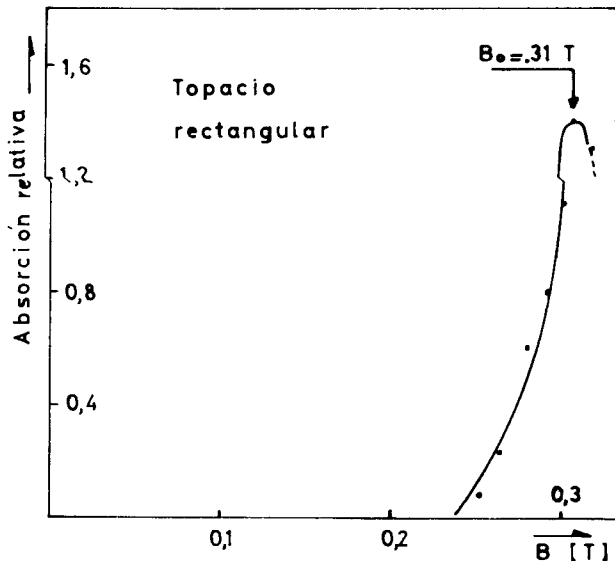


Figura 11. Topacio, forma rectangular, con facetas. Dimensiones: 9,8 mm x 8,22 mm x 5,05 mm, masa 0,583 gr.

tiene en forma inequívoca. En las demás figuras se han omitido las resonancias falsas que se observan debido a la asimetría de la muestra.

Note que 2 resonancias del rubí tienen γ negativo y 2 resonancias tienen γ positivo!

Efectuaremos medidas en función de la orientación del rubí y en función de la frecuencia para poder deducir la estructura fina del ión Cr^{+++} en rubí. Para explicar las resonancias con γ positivo tal vez sea necesario revisar la figura 1.

En Aguamarina ($3(BeO)Al_2O_3 \cdot 6(SiO_2)$) se observaron 2 resonancias "delgadas" con γ negativo como se indica en la figura 9.

Todos los iones propios del cristal son dia

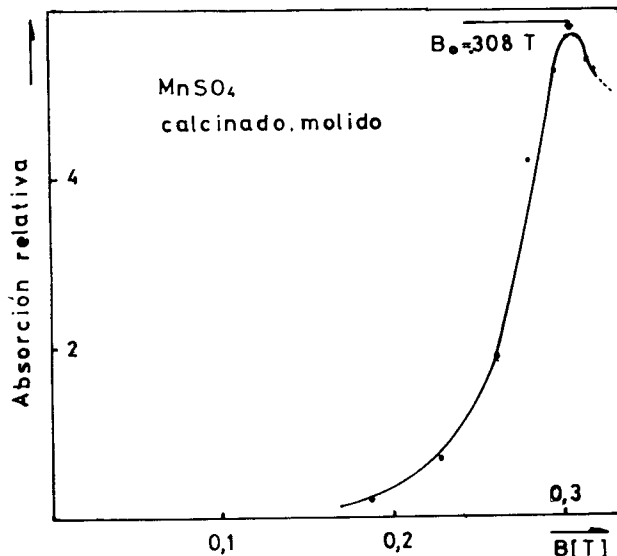


Figura 12. Sulfato de manganeso, molido, deshidratado, impregnado en cera de parafina. Pastilla cilíndrica de 4 mm x 1 mm.

magnéticos de manera que las resonancias provienen de impurezas paramagnéticas o bien de defectos cristalinos.

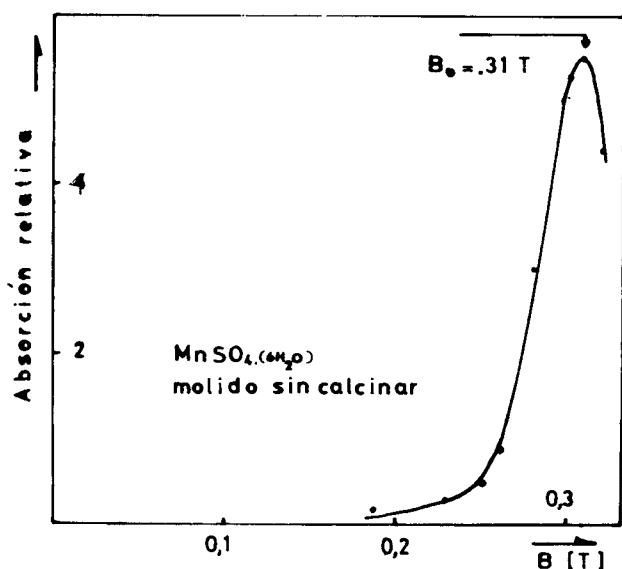


Figura 13. Sulfato de manganeso, molido, hidratado, impregnado en cera de parafina. Pastilla cilíndrica de dimensiones 4 mm × 1 mm.

Las muestras de topacio ($Al_2(F,OH)_2 SiO_4$) presentaron una resonancia con γ negativo (figura 10 y 11).

Se observaron resonancias de spin de electrones en varias sales con iones paramagnéticos: sulfato de manganeso (figuras 12 y 13), sulfato amónico ferroso (figura 14), permanganato de potasio (figura 15).

Un cristal de fluoruro de calcio (F_2Ca) presentó la resonancia indicada en la figura 16. Como el fluoruro de calcio es diamagnético la resonancia debe provenir de impurezas o defectos cristalinos.

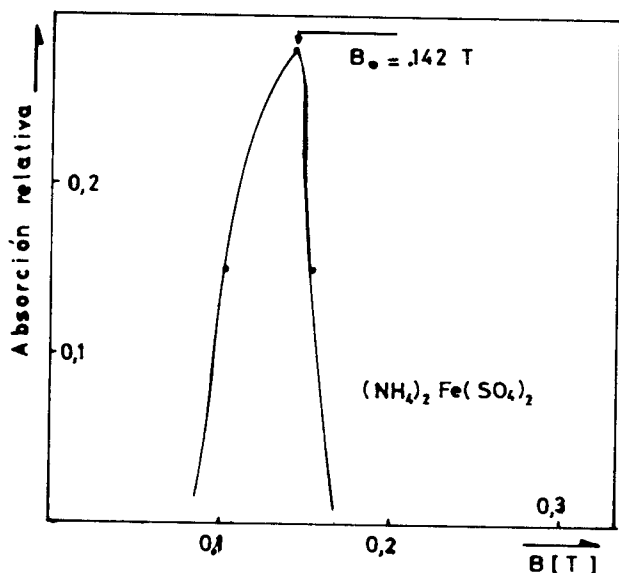


Figura 14. Sulfato Amónico ferroso, molido, deshidratado, impregnado en cera de parafina. Pastilla cilíndrica de dimensiones 4 mm × 1 mm.

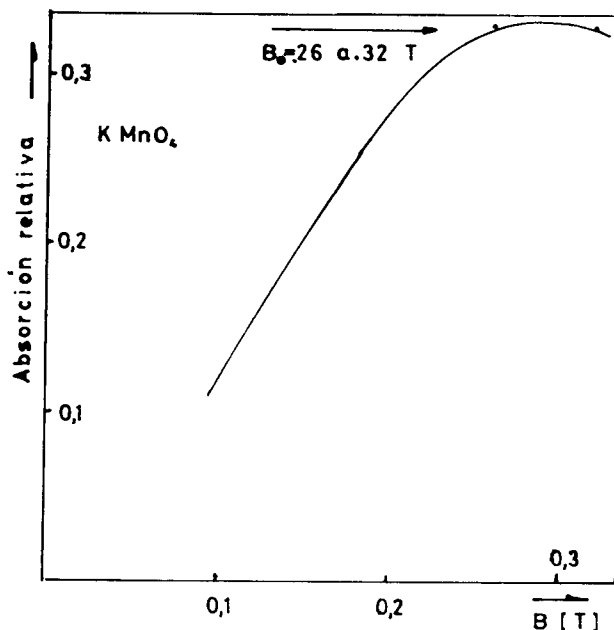


Figura 15. Permanganato de potasio, molido, deshidratado, impregnado en cera de parafina. Pastilla cilíndrica de dimensiones 4 mm × 1 mm.

Una muestra de silicio utilizada en la industria electrónica presentó la doble (?) resonancia indicada en la figura 17. Desconocemos el dopado de la muestra.

Todas las muestras de distintos tipos de ferrita que medimos presentaron la curiosa resonancia con cambio de frecuencia que se indica en la figura 18.

Esta resonancia se observa únicamente con campo magnético rotatorio (dos acoplamientos ajustados) y no con un solo acoplamiento. Desconocemos el origen de este fenómeno.

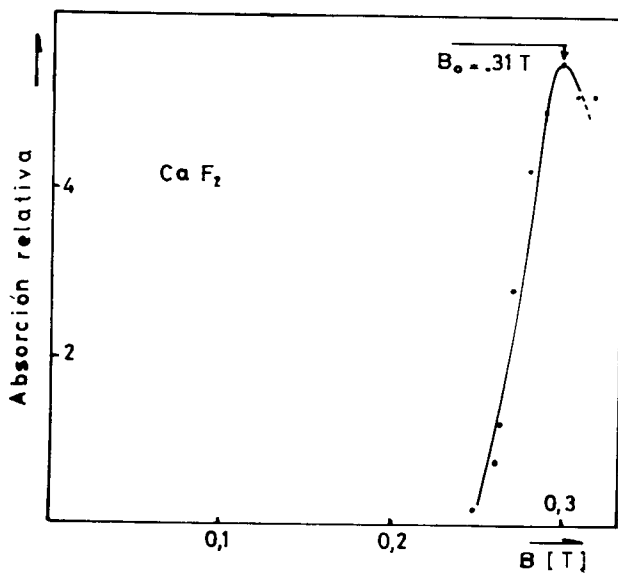


Figura 16. Fluoruro de calcio monocristalino, 4 mm × 4 mm × 1 mm.

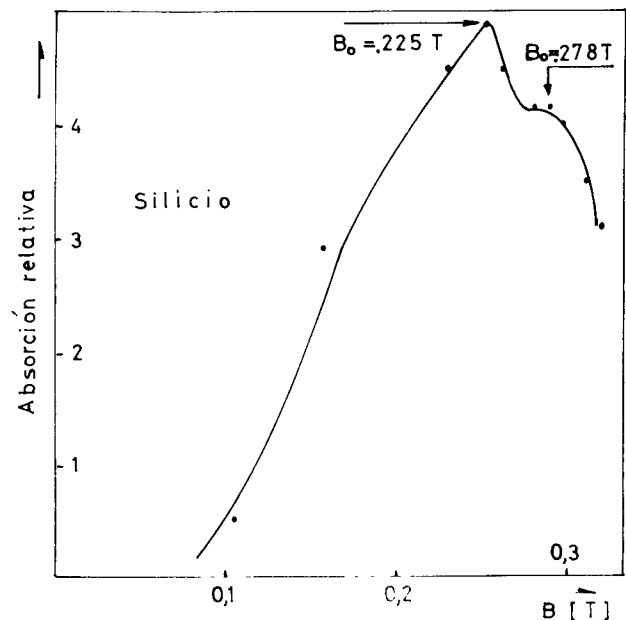


Figura 17. Silicio para fabricación de elementos semiconductores (se desconoce el dopado), molido, deshidratado, impregnado en cera de parafina. Pastilla cilíndrica de dimensiones 4 mm x 1 mm.

Se observaron resonancias en varios minerales: Cobaltita que contiene $SCoAs$ (figura 19); Cromita que contiene Cr_2O_4Fe (figura 20); Manganita que contiene $MnO(OH)$ (figura 21); y Rodonita que contiene SiO_4Mn (figura 22). Otros minerales medidos son Rutilo (TiO_2); Bornita (S_4Cu_5Fe); Calcopirita (S_2CuFe); Magnetita ($FeO \cdot Fe_2O_3$); y Descloicita ($Pb(Zn, Cu)VO_4(OH)$).

En la Tabla 6 aparece la "amplitud" o absorción relativa de las resonancias. Esta amplitud, medida en unidades arbitrarias, permite comparar las resonancias de distintas muestras.

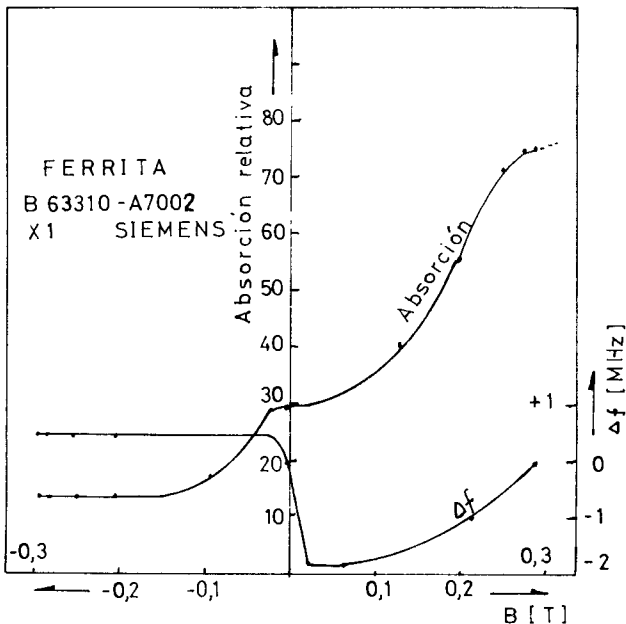


Figura 18. Ferrita Siemens tipo B 63310 - A7002-X1, molido, deshidratado, impregnado en cera de parafina. Pastilla cilíndrica de dimensiones 4 mm x 1 mm.

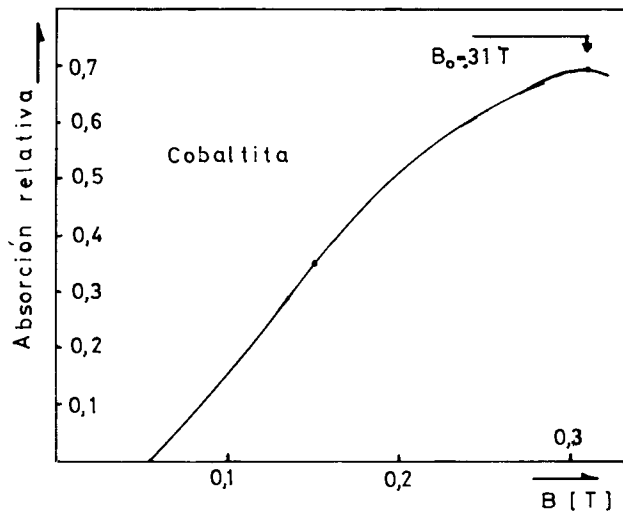


Figura 19. Cobaltita, molido, deshidratado, impregnado en cera de parafina. Disco de dimensiones 8 mm x 1 mm.

5.- EL SIGNO DE LA RELACION GIROMAGNETICA DEL ELECTRON.

En 1925 G. Uhlenbeck y S. Goudsmit propusieron la existencia del momento angular del electrón. En 1927 W. Pauli incorporó el spin a la mecánica cuántica. En esta época se decía que el electrón tenía su dipolo magnético opuesto al momento angular (o sea γ negativo) tal como corresponde a una distribución de carga negativa en rotación. Una medida directa del signo de γ mediante resonancia de spin no fue posible antes del desarrollo de las técnicas de microondas durante la 2ª guerra mundial. La primera medida de resonancia magnética de electrones fue realizada por E. Zavoisky en 1945.

Estas observaciones nos indujeron a revisar experimentalmente el signo de la relación giromagnética del electrón. Para este efecto

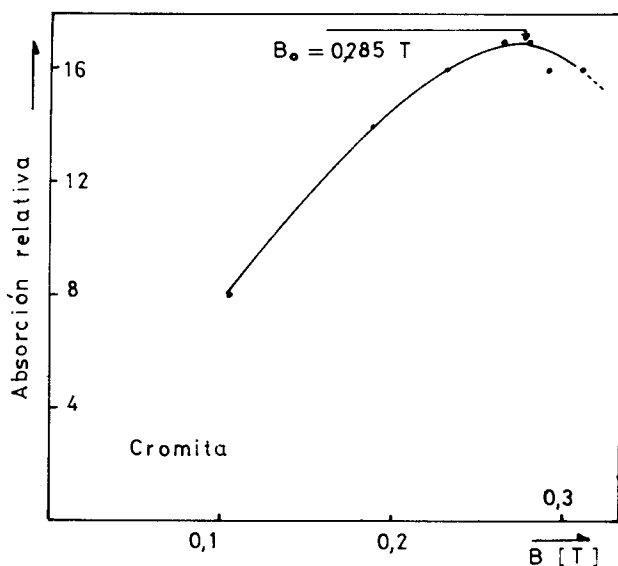


Figura 20. Cromita, molido deshidratado, impregnado en cera de parafina. Disco de dimensiones 8 mm x 1 mm.

Resultados Experimentales

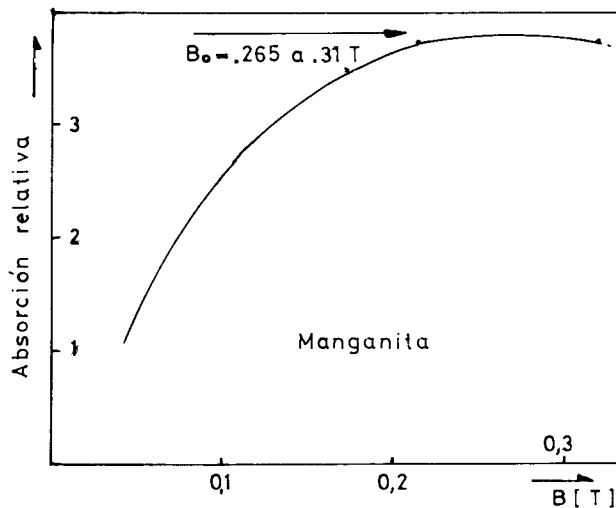
MUESTRA	f_0 (MHz)	B_0 (T)	ΔB_0 (T)	Signo de γ	$ g $	$T_2 \times 10^{-9} s$	Absorción relativa
RUBI	8.937	- 0.0505	0,006	+	12,643	0,2998	5,0
	8.937	- 0,099	0,0185	+	6,449	0,191	1,3
resonancias falsas	8.937	- 0,192	0,0155				3,4
		0,0497	0,006				1,8
	8.937	0,193	0,025	-	3,308	0,275	16,6
	8.937	0,258	0,012	-	2,724	0,696	1,0
AGUAMARINA	8.847	0,258	0,02	-	2,449	0,464	1,68
	8.847	0,31	0,0133	-	2,039	0,839	1,56
TOPACIO IMPERIAL (ovalado)	8.804	0,3178	0,0526	-	1,979	0,218	1,24
TOPACIO (rectangular)	8.881	0,3104	0,0378	-	2,044	0,294	1,4
SULFATO DE MANGANESO (deshidratado)	8.990	0,308	0,066	-	2,085	0,165	5,66
SULFATO DE MANGANESO (hidratado)	8.991	0,31	0,067	-	2,072	0,164	5,5
FLUORURO DE CALCIO	8.990	0,309	0,0578	-	2,134	0,184	5,45
SULFATO AMONICO FERROSO	8.988	0,142	0,051	-	4,522	0,0986	0,28
SILICIO	8.988	0,225	0,186	-	2,854	0,043	4,9
	8.988	0,278?	0,06	-	2,309	0,164	4,2
COBALTITA	8.984	0,31	0,32	-	2,070	0,034	0,7
CROMITA	8.983	0,285	0,33	-	2,252	0,03	17
MANGANITA	8.962	0,2 /					3,75
RODONITA	8.977	0,318	0,24	-	2,017	0,469	98
PERMANGANATO DE POTACIO	8.983	0,2/0,32					0,32

to medimos numerosas muestras de sulfato de manganeso (hidratadas ($MnSO_4 \cdot 6 H_2O$), calcinadas, molidas, sin moler, encapsuladas en cera de parafina, etc.).

La teoría ya se ha explicado en la sección 2. Con muestras de simetría cilíndrica se logró amplitudes de la resonancia falsa con B_0 invertido menores que 1/20 de la amplitud de la resonancia verdadera. Por lo tanto la determinación experimental del signo de γ es inequívoca. Las características de las resonancias se indican en las figuras 12 y 13 y en la tabla 6. Se obtuvo una relación giromagnética del electrón negativa.

Según la tabla 6 todas las resonancias medidas, salvo dos del rubí, tienen γ negativo.

Figura 21. Manganita, molida deshidratada, impregnada en cera de parafina, Disco de dimensiones 8 mm x 1 mm.



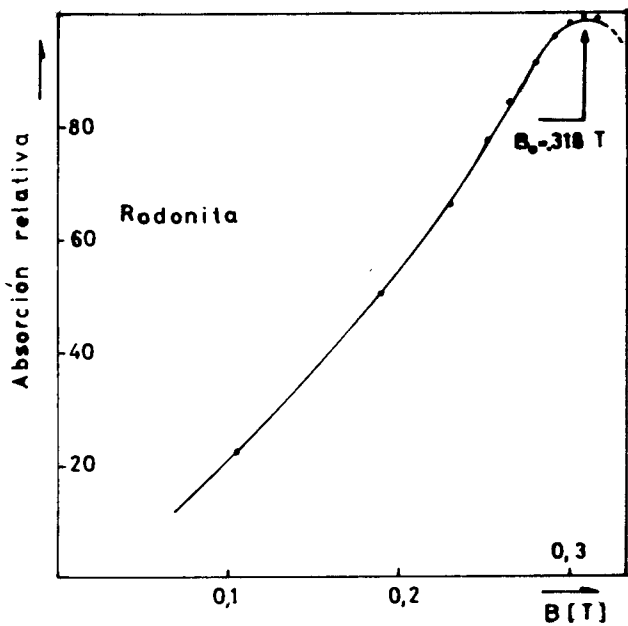


Figura 22. Rodonita, molida deshidratada, impregnada en cera de parafina. Disco de dimensiones 8 mm x 1 mm.

AGRADECIMIENTO.

Muchas personas contribuyeron a la presente investigación. En particular agradecemos a la Escuela Politécnica Nacional por el financiamiento de los equipos construidos, al Ing. Alfredo Mena, Decano de la Facultad de Ingeniería Eléctrica, por su decidido apoyo en la tramitación del financiamiento, al Sr. Miguel León, por la construcción de la cavidad; a Ecuatronic Cia. Ltda., por la construcción del electroimán; al Dr. Nestor Flor e Ing. Ricardo Muñoz, por la preparación de muestras químicas y provisión de piedras preciosas, al Ing. Renán Cornejo, por la provisión de rocas; al Sr. Jorge Jaramillo por el corte y pulido de rocas; al Sr. Pablo Peñañiel, por su colaboración en las mediciones y a la Srta. Ana Viteri por la transcripción del manuscrito.

REFERENCIAS

- (1) Charles Kittel, "Introduction to solid state physics", third edition, John Wiley (1968).
- (2) A.F. Harvey, "Microwave engineering", Academic Press (1963).

**JORNADAS EN INGENIERIA
ELECTRICA Y ELECTRONICA**

Mayo 1982

Vol. No. 3

Contenido:

	Pág.
Editorial	1
Modelación de Máquinas de Continua incluida la Saturación del Núcleo. Poveda M. y Sandoval H.	3
Factorios de un Modelo Electromagnético a Escala para desarrollar Motores Lineales de Laboratorio. Becerra C. y Bermúdez G.	10
Prototipo de Contador de Rayos. Ayora P., Barba M., y Naspud R.	16
Transitorios en Líneas de Transmisión. Orbe P., Cruz H. y Gavidia C.	19
Sistemas de Regulación de Velocidad de Turbinas, Modelos y Análisis. Barajas L. y Reinoso V.	34
Modelos Matemáticos para Planificación óptima de la Operación de un Sistema Hidrotermoeléctrico. Nina G.	44
Prototipo Experimental de un Control Operacional de Registro de Colores en Impresoras Rotativas. Becerra C.	49
Un Taxímetro Digital para uso en el Ecuador. Carlo P. y Yépez, C.	53
Inversor Mc.Murray Trifásico. Rodríguez P.	59
Resonancia Magnética de Electrones. Hoeneisen B. y Cevallos M.	68