

Zeitschrift: Archives des sciences [1948-1980]
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 14 (1961)
Heft: 10: Colloque Ampère

Artikel: Doppelresonanzexperiment an Seignetersalz
Autor: Grande, S.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-739649>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 22.01.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Doppelresonanzexperiment an Seignettesalz

S. GRANDE

Physikalisches Institut der Karl-Marx-Universität Leipzig

Nuclear magnetic double resonance studies were done on two proton systems in single crystal of seignettesalt ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$). The line shape of one line in the doublet was investigated in applying a strong *rf*-field with frequency nearly the other line of the doublet. Generally, the observed line shows also a decreasing intensity, what we have interpreted with saturation effects.

Über die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung erreichen die Ortsfelder in Kristallen eine beachtliche Grösse. Für eine Ausmittlung dieses Einflusses ist eine zeitliche Veränderung der umgebenden Dipole nötig, deren Frequenz gross ist gegen die Linienbreite in Hertz. Da wir es bei Kristallen mit ruhenden Gitterbausteinen zu tun haben, erfolgt keine Bewegungseinengung der Linienbreite. 1958 wurden von Bloch [1] und Searles und Cotts [2] Versuche durchgeführt, die über die Doppeleinstrahlung zu einer Einengung der Linienbreite führen. Sie gingen, wie auch später andere Arbeiten, von einem Kristall mit zwei unterschiedlichen Spinsorten aus, deren Resonanzfrequenzen sich beträchtlich unterscheiden. In guter Übereinstimmung von Theorie und Experiment ergab sich eine Einengung der einen Linie, wenn die andere mit weit über Sättigung liegender H_1 -Feldstärke bestrahlt wurde. Eine anschauliche Begründung findet man darin, dass der Einfluss dieser stark bestrahlten Kerne auf das Ortsfeld der beobachteten vermindert wird bzw. ganz verschwindet.

$$(1/T_2^a)^2 = Loc_{ab} + Loc_{aa} + Fl_{aa} + L_g$$

Loc_{aa} bzw. Loc_{ab} : Ortsfeld der *a* bzw. *b* Kerne; Fl_{aa} entspricht Flip-Flop-Übergängen, L_g enthält den Einfluss der Spin-Gitter-Relaxationszeit. In Fortsetzung dieser Überlegung erschien dann eine Arbeit von Itoh [4], die sich mit Doppeleinstrahlung bei nur einer Kernsorte beschäftigt. Die Voraussetzung ist eine Aufspaltung der Kernresonanzlinie, wie sie von Pake [6] bestimmt wurde. Ausgehend vom Protonenpaar des Kristallwassers erhält man eine Dublettaufspaltung. Bei der Doppelresonanzeinstrahlung

sättigt man die eine Linie ab und beobachtet das Verhalten der anderen. Nach theoretischen Überlegungen von Itoh, die von dem vollständigen Hamiltonoperator ausgehen,

$$\mathcal{H} = -\hbar [\gamma H_0 (I_{1z} + I_{2z}) + 2\gamma H_x (I_{1x} + I_{2x}) - \hbar\gamma^2 (r_{12}^{-3} I_1 I_2 - 3r_{12}^{-5} (I_1 r_{12})(I_2 r_{12}))]$$

ergibt sich eine nochmalige Aufspaltung der Dublettlinie. Der experimentelle Aufbau bringt erhebliche Schwierigkeiten, da sich die beiden Frequenzen, die bei 16 MHz liegen, nur um 20–90 kHz unterscheiden. Dabei sollte die Spannung zur Erzeugung des Sättigungsfeldes so gross wie möglich (100–500 Volt) sein. Ein Autodynempfänger wurde verworfen, da eine Frequenzverstimmung durch Mitziehen zu befürchten war. Deshalb wurde mit einer einfachen Resonanzkreisbrücke und Güteverbesserung gearbeitet. Diese und der nachfolgende HF-Verstärker müssen sehr schmalbandig sein, um eine Übersteuerung durch die Sättigungsfrequenz zu verhindern. Die beiden Spulen wurden ähnlich der Bloch'schen Zweispulenanordnung rechtwinklig zueinander und zum Magnetfeld, mit möglichst guter Entkopplung in den Probenkopf eingebaut. Als Proben wurden Seignettesalz-Einkristalle verwendet. Die Aufspaltungen der Resonanzlinie in Abhängigkeit von Kristallschnitt und -orientierungen wurden von Prof. Lösche [5] untersucht. In unserem Falle wählten wir die Richtung eines *A*-Kristalles, die die grösste Intensität der Nebenmaxima brachte. In dieser Stellung werden die Linien durch zwei Gruppen von Protonenpaaren gebildet.

Diese Probe erfüllte aber nicht die Voraussetzungen, die bei der theoretischen Ableitung der zusätzlichen Linienaufspaltung gemacht wurden. Infolge der grossen Anzahl von 16 Protonenpaaren in einer Elementarzelle herrscht zwischen diesen noch eine nicht zu vernachlässigende Wechselwirkung. Wie sich bei den Versuchen herausstellte, darf sie auch in 1. Näherung nicht vernachlässigt werden. Schon äusserlich zeigt sich neben den beiden Nebenlinien noch eine sehr grosse Mittellinie, wobei am Übergang noch eine Überlappung zwischen beiden eintritt. Bei Einstrahlung eines starken HF-Feldes verteilt sich die Energie auf alle Protonenpaare und führt somit infolge der sehr grossen Spin-Gitter-Relaxationszeit zu einer allgemeinen Linienverbreiterung und Intensitätsabnahme. Diese Erscheinung wurde in dem Moment geringer, wo das starke HF-Feld beim Durchziehen auf die Einbucklung zwischen Haupt- und Nebenmaxima trifft.

Bei einigen Frequenzdifferenzen in der Nähe von 70 kHz ist auch eine zusätzliche breite Aufspaltung der Nebenlinie zu erkennen. Infolge ihrer geringen Intensität liegen sie nur wenig über dem Rauschen, so dass man keine genauen Angaben über ihre Form machen kann.

LITERATUR

1. BLOCH, F., *Phys. Rev.*, *111*, 841, 1958.
 2. SEARLES, L. R., D. M. COTTS, *Phys. Rev.*, *111*, 853, 1958.
 3. SAITO, Y., *J. Phys. Soc. Jap.*, *13*, 72, 1958.
 4. ITOH, Y., R. KUSAKA, *J. Phys. Soc. Jap.*, *14*, 492, 1959.
 5. LÖSCHE, A., *Exp. Techn. Phys.*, *3*, 18, 1956.
 6. PAKE, G. E., *J. Chem. Phys.*, *16*, 327, 1948.
 7. SCHNEIDER, E. E., THOMPSON, K., *J. Phys. Rad.*, *19*, 834, 1958.
-