

# Mikrowellenspektroskopie

Fortgeschrittenen-Praktikum  
am  
I.Physikalischen Institut  
der  
Universität zu Köln

## Literatur:

1. Staatsexamensarbeit Sven Hees, S.1–53, S.58f
2. Townes/Schawlow
  - Chapter 1: Rotational Spectra of Diatomic Molecules
  - Chapter 3: Symmetric-Top Molecules
  - Chapter 6: Quadrupol Hyperfine Structure in Molecules
  - Chapter 8: p222f: Hyperfine-Structer of  $\text{NH}_3$
  - Chapter 12: The Ammonia Spectrum and Hindered Motions
  - Chapter 13: Shapes and Widths of Spectral Lines
3. Merck Sicherheitsdatenblatt Ammoniak-Lösung 25%
4. G. Nimtz: Mikrowellen
5. Hackenberg-Vowinkel: Mikrowellen

# **Anleitung zum FP-Versuch Mikrowellenspektroskopie**

## **1. Vorbereitung**

Zur Vorbereitung auf den Versuch sollten Sie sich mit folgenden Themen beschäftigen:

- Rotation zweiatomiger Moleküle (Townes, Kap.1)
- symmetrischer Kreisel (Townes, Kap.3)
- Ammoniak-Molekül (Townes, Kap.12)
- Druck/Stoßverbreiterung von Moleküllinien (Townes, Kap.13)
- Mikrowellenspektroskopie allgemein
- Lock-In-Verstärker (Phasenempfindlicher Gleichrichter/Synchrondemodulator/Mischer)
- Mikrowellentechnik, Hohlleiter, Impedanzanpassung (Hachenberg/Vowinkel)
- Frequenzvervielfachung mit Dioden

## **2. Aufbau**

Die Apparatur besteht aus dem HF-Synthesizer (HP8673E), der eine Frequenz von 2-18GHz erzeugt, welche mit einer Diode verdoppelt und anschließend in den K-Band-Hohlleiter (18-26 GHz) eingespeist wird. Im Hohlleiterübergang kann mit einem variablen Kurzschlußschieber Leistungsanpassung eingestellt werden. Die Ausgangsfrequenz des HF-Generators liegt unterhalb der cut-off-Frequenz des Hohlleiters, kann sich somit nicht ausbreiten. Oberwellen höherer Ordnung, die ebenfalls von der Diode erzeugt werden, werden mit einem Tiefpass-Filter in Hohlleitertechnik unterdrückt, so dass nur die erste Oberwelle übrig bleibt. Um die Leistungsanpassung einstellen zu können, wird mit einem 10dB-Richtkoppler ein Teil der Hochfrequenz zu einem Leistungsmesskopf angekoppelt.

Die Absorptions-Messzelle (Messing-Hohlleiter) ist mit Teflon-Folien vakuumdicht mit den anderen Hohlleiterkomponenten verbunden. An dem rechten Vakuumflansch der Meßzelle ist über ein Nadelventil ein kleiner Rundkolben angeschlossen, in dem sich eine geringe Menge wässriger Ammoniak-Lösung befindet. Der Dampfdruck von Ammoniak bei Zimmertemperatur (ca. 500mbar) reicht aus, um über die Messdauer hinweg genügend gasförmiges Ammoniak zu erhalten.

Der linke Vakuumflansch ist mit der Vorvakuumpumpe, einem Vakuummesskopf und einem Belüftungsventil verbunden.

Auf die Messzelle folgt ein Einweghohlleiter, welcher Reflexionen zurück in die Messzelle und somit stehende Wellen verhindert. Es folgt die Detektordiode, welche ebenfalls mit einem Kurzschlussschieber an die Hohlleiterimpedanz angepasst werden kann.

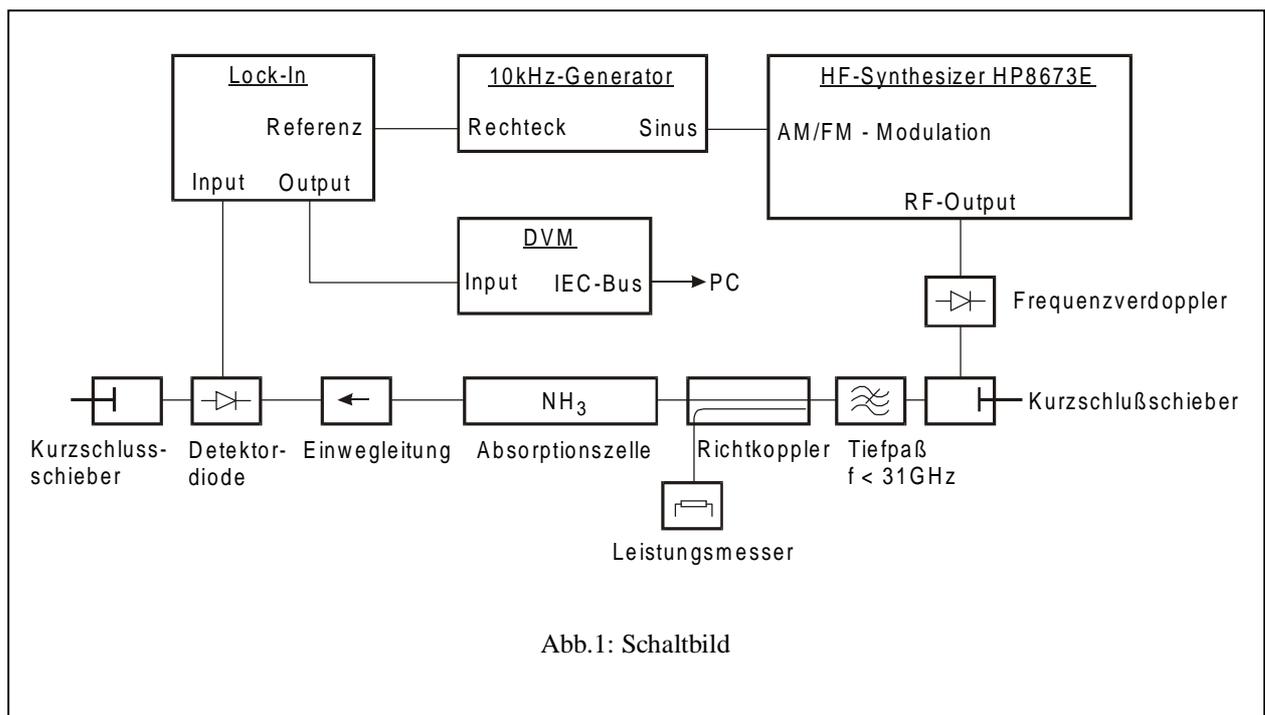
Das Signal der Detektordiode gelangt zum Eingang des Lock-In-Verstärkers, dessen DC-Ausgang mit einem Digital-Voltmeter verbunden ist. Der Lock-In-Verstärker erhält eine Phasenreferenz vom Sinus-Generator, welcher zur Frequenz- oder Amplitudenmodulation des HF-Generators benutzt wird.

Über den IEC-Bus und einen IEC-Bus/USB-Adapter sind der HF-Generator und das Digital-Voltmeter mit dem Mess-PC verbunden, um eine computerunterstützte Steuerung bzw. Messwertaufnahme zu ermöglichen.

### 3. Durchführung der Messungen

#### 3.1. Messprinzip

Der HF-Synthesizer wird PC-gesteuert schrittweise über einen vorgegebenen Frequenzbereich gefahren, dabei zusätzlich mit 10kHz moduliert, wahlweise amplitudenmoduliert oder frequenzmoduliert. Das Detektorsignal wird synchron zur Modulation mit einem Lock-In-Verstärker demoduliert, um das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern. Das Ausgangssignal des Lock-In wird mit einem Digitalvoltmeter dem Mess-PC zur Verfügung gestellt. Weitere Details zum Messverfahren entnehmen Sie bitte der Staatsexamensarbeit S.Hees.



#### 3.2. Inbetriebnahme der Vakuumkomponenten

Druckmessgerät (Thermotron) einschalten, System T2 sollte ausgewählt sein.

Die Ventile werden in folgende Stellung gebracht:

- Belüftungsventil: **auf** (Hebel nach rechts, Innenteil wird angehoben)
- gelbes Nadel-Ventil: Mit Gefühl im Uhrzeigersinn bis in den Freilauf **zu** drehen.

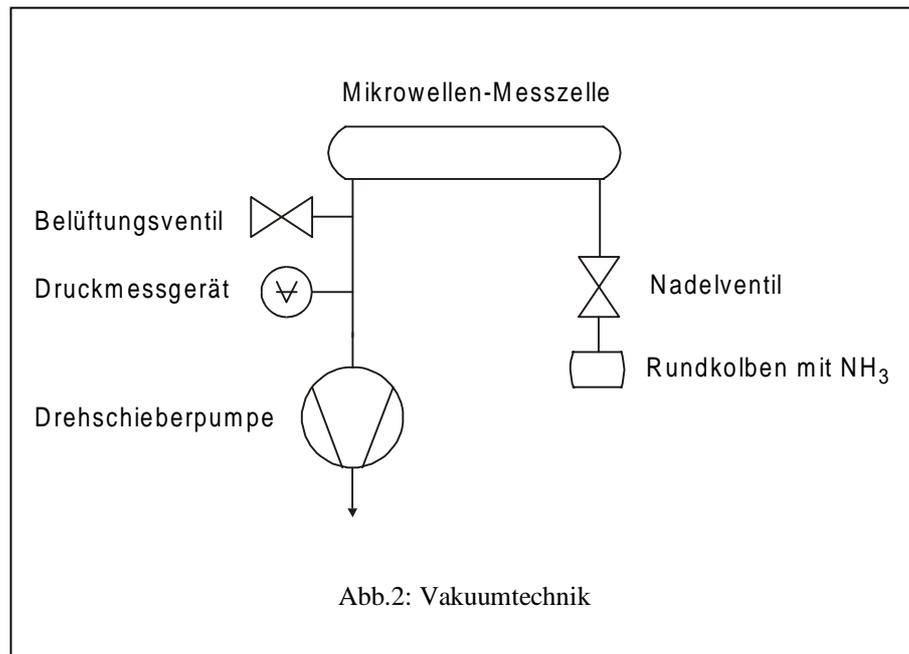
Achtung: Niemals mit Gewalt betätigen! Das Ventil ist federbetätigt, ein Zudrehen über das Ende hinaus schließt das Ventil nicht weiter, sondern beschädigt es.

Vakuumpumpe durch längere (ca. 2 Sekunden) Betätigung des grünen Tasters in Betrieb nehmen.

Sobald sie kontinuierlich pumpt, das Belüftungsventil schließen, der Druck sollte innerhalb von 5 Minuten auf unter  $1 \cdot 10^{-2}$  mbar fallen, innerhalb von 30 Minuten auf  $1 \cdot 10^{-3}$  mbar (grüne Skala).

Sofern nicht bereits vorhanden, in den Glaskolben wenig Ammoniak-Lösung einfüllen (ca.3mm Füllhöhe), Kolben mit Vakuumfett auf den Stahlkonus stecken und mit der Feder gegen Herabfallen sichern.

Gelbes Nadelventil langsam im Freilaufbereich gegen den Uhrzeigersinn bis an den Punkt drehen, an dem die Nadel angehoben wird (Betätigungswiderstand steigt an). Vorsichtig weiterdrehen, dabei Druckmeßgerät beobachten.



Der Druck sollte innerhalb der nächsten halben Stunde auf ca.  $1 \cdot 10^{-3}$  mbar fallen. Während dieser Zeit kann die Messelektronik in Betrieb genommen werden.

### 3.3. Inbetriebnahme der Elektronik

HF-Synthesizer, Leistungsmessgerät, 10kHz-Generator, Lock-In-Verstärker und Digitalvoltmeter einschalten.

Falls der HF-Synthesizer die Fehlermeldung 95 anzeigt (Taste Message blinkt, beim Betätigen dieser Taste wird 95 angezeigt), an dem Gerät die Busadresse 20 von Hand einstellen. Hierzu die Tasten 20, STO, LOCAL betätigen. Anderfalls blockiert der HF-Synthesizer den IEC-Bus.

HF-Synthesizer auf 11935,056 MHz (halbe Frequenz des  $\text{NH}_3$  3,3-Übergangs) einstellen: Taste frequency drücken, dann 11935,056 eingeben und MHz-Taste drücken. AM/FM-Modulation ausschalten, falls eingeschaltet (jeweils zugehörige OFF-Taste drücken)  
Pegel auf Maximum einstellen (+13.0dBm).

Lässt sich der Synthesizer nicht bedienen, befindet er sich möglicherweise im Remote-Modus. In diesem Falle durch Betätigen der "Local"-Taste die Frontbedienung aktivieren.

#### Abgleich Leistungsanpassung Hohlleiter-Übergang

Den Leistungsmesser auf den  $-5\text{dBm}$ -Bereich stellen und mit dem Fine-Zero-Taster auf Null stellen.  
Den Ausgang des HF-Synthesizers durch Betätigen der RF-Out-Taste einschalten.  
Mit dem Kurzschlusschieber nun auf Leistungs-Maximum justieren. Falls dies wegen des Anschlags nicht möglich ist, in die andere Richtung um  $\lambda/2$  über das Minimum hinaus drehen.

#### Abgleich Impedanzanpassung Detektordiode

Hierzu wird der Generator AM-moduliert und die Apparatur auf maximales Detektorsignal abgeglichen. Zunächst Amplitude des Sinusgenerator auf 0 drehen, Sinus-Ausgang mit AM-Modulations-Eingang des Synthesizers verbinden.

Lock-In Verstärker auf 100mV, 100ms, ca 90°, F einstellen.

Zeigerinstrument des Synthesizers auf AM stellen, AM-Modulation mit Taste 30% einschalten, Amplitude am Sinusgenerator erhöhen, bis 15% Modulation erreicht sind (Zeiger senkrecht steht).

Mit Kurzschlussschieber an der Detektordiode die Ausgangsspannung (Zeigerausschlag) des Lock-In-Verstärkers auf Maximum justieren, dabei die Phasenlage ebenfalls korrigieren.

#### Nachweis der Ammoniak 3,3-Linie im 2F-Modus

Mit gelbem Nadelventil einen Ammoniak-Druck von etwa  $3\text{-}5 \cdot 10^{-3}$  mbar einstellen.

AM-Modulation ausschalten (Taste AM-OFF), Generator von AM auf FM-Eingang umstecken. Lock-In-Verstärker auf Empfindlichkeit 3mV, 2F stellen.

FM-Modulation mit Taste 0.3 einschalten. Anzeige auf FM-Modulation umschalten.

Die Amplitude des Sinusgenerators verändern, bis die Anzeige der FM-Modulation senkrecht steht (1.5 bzw 0.5), dann Phase am Lock-In auf Maximum korrigieren.

Mit dem PC läßt sich nun zur Funktionskontrolle die 3,3-Ammoniak-Linie aufnehmen.

Für andere Frequenzen müssen die beiden Kurzschlußschieber jeweils neu abgeglichen werden.

### **3.4. Aufgaben**

- Messen sie die Ammoniak 3,3-Linie mittels Amplitudenmodulation sowie Frequenzmodulation in den Modi F und 2F.  
Beschreiben Sie die Unterschiede. Welches Verfahren ist vorzuziehen? Warum?
- Messen sie 6 verschiedene Ammoniak-Linien über das gesamte K-Band verteilt und bestimmen sie die Konstanten  $\nu_0$ , a und b für den Ansatz  $\nu = \nu_0 - a(J(J+1) - K^2) + bK^2$
- Versuchen Sie, eine möglichst schwache Linie zu messen, erhöhen Sie hierzu die Messzeit pro Frequenz und die Zeitkonstante des Lock-In-Verstärkers. Welche Linienstärke läßt sich gerade noch messen?
- Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Linienform/Intensität von dem Hub der FM-Modulation im 2F-Betrieb. Messen Sie hierzu eine stärkere Linie mit 4 verschiedenen Einstellungen der Modulation.
- Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Linienform/Intensität vom Druck für drei verschiedene Drücke. Beachten Sie dabei, dass bei FM-Modulation der Modulationshub der Linienbreite jeweils angepasst werden muss, um die Intensität richtig zu messen.
- Messen Sie die Quadrupolaufspaltung der Ammoniak 3,3-Linie
- Bestimmen Sie mit Hilfe des Sicherheitsdatenblattes die maximal zulässige Menge wässriger Ammoniaklösung für den Fall, dass der Rundkolben platzt.

### **4. Hinweise zur Software**

Die Software bietet die Möglichkeit, einen vorgegebenen Frequenzbereich zu durchfahren und Messwerte aufzunehmen. Es wird hierzu die Mittenfrequenz, die Breite des Bereiches, die Anzahl der Messwerte und die Verweildauer pro Frequenz eingegeben. Letztere sollte sinnvollerweise mit der Zeitkonstante des Lock-In-Verstärkers übereinstimmen, da andernfalls zu hohes Rauschen oder bei Sprüngen die Anstiegsgeschwindigkeit des Lock-In-Verstärkers gemessen wird. Verbesserungsvorschläge zur Software sind jederzeit willkommen!