

| | | |
|---------|--------------------------|------------|
| Nr pary | Imię i nazwisko studenta | Wydział |
| | | grupa |
| data | Nazwisko prowadzącego | Zaliczenie |

F22. Badanie wolnych rodników metodą elektronowego rezonansu paramagnetycznego

Celem ćwiczenia jest poznanie zjawiska elektronowego rezonansu paramagnetycznego oraz jego zastosowania do badania wolnych rodników

Zagadnienia.

wolne rodniki – powstawanie i właściwości, działanie przeciwutleniaczy, metody wykrywania wolnych rodników, elektronowy rezonans spinowy – opis metody.

Literatura

Jaroszyk Rozdział 23.10.; **Przestalski** Rozdział III.3. Fizyczne metody badań cząsteczek; **Biofizyka dla Biologów** Rozdział 4.3.4.3. Elektronowy rezonans paramagnetyczny.

Przyrządy i materiały: spektrometr EPR (cewki Helmholtza, głowica pomiarowa, panel sterujący na komputerze), próbka **TCNQ** (sole aniono-rodnikowe 7,7,8,8-tetracyjanochinodimetanu) i **DPPH** (wolny rodnik 2,2-difenylo-1-pikrylohydrazyl).

Wykonanie ćwiczenia

Przed wykonaniem ćwiczenia zalecane jest przeprowadzanie symulacji zjawiska rezonansu magnetycznego korzystając z programu **mri pl.jar** dostępnego na ekranie startowym komputera.

1. Włącz zasilanie spektrometru a następnie włącz komputer.
2. Na ekranie wskaźnikiem myszy otwórz katalog **CWNE_AR** a następnie dwukrotnie kliknij na plik **cwne_SRV**.
3. Po załadowaniu programu, pojawi się panel z ekranem i przyciskami sterującymi. Na górnym pasku w zakładce **Spektrometr** wybierz **Connect**.
4. Następnie na panelu spektrometru ustaw następujące parametry skanowania:
5. W boksie **Mode** zaznacz **ESR**.
6. W boksie **Detection** ustaw: **B0 17.84 by 0.01 Gs**; **F 50 000 kHz by 0.5 kHz**;
Gain 50; **Phase 84** ;
7. W boksie **Modulation** ustaw: **Field sweep 5 Gs** ; **2 Mod Amplit. 0.05 Gs**;
Sweep time 1 min;
8. W boksie **Acquisition** ustaw: **Acc 1**;
9. Po ustawieniu powyższych parametrów, pod kontrolą osoby prowadzącej zajęcia włóż próbkę rodnika **TCNQ** do głowicy pomiarowej a następnie całość wsuń do cewki Helmholtza.
10. Naciśnij przycisk **START** i rozpocznij pomiar sygnału dla badanej próbki.
11. Po zakończeniu skanowania zapisz sygnał pod nazwą **tcnq1.dcw** wybierając **File / Save data as....**

12. Po zapisaniu danych przejdź do panelu **Proc**, naciśnij **Open file** i otwórz zapisany przed chwilą plik.
13. Z górnego paska wybierz **Absorption** a zapisany sygnał tym razem jako widmo absorpcji pojawi się na dolnym ekranie.
14. Przeprowadź analizę sygnału, tj. naciskając kolejno przyciski **G**, **HDB** oraz **Integral** odczytaj wartości stałej g – **G**, szerokości pasma – **HDB** oraz powierzchnię pod sygnałem – **A**. Wyniki wpisz do Tabeli 1.
15. Naciskając przycisk **Setup&Acq** przejdź z powrotem do panelu skanowania i przeprowadź dwa kolejne pomiary sygnału zmieniając parametr **2 Mod Amplit.** na wartość **0.1 Gs** a następnie na **0.2 Gs**. Sygnał zapisz odpowiednio w plikach **tcnq2.dcw** oraz **tcnq3.dcw**.
16. Dokonaj analizy zmierzonych sygnałów postępując zgodnie z punktami 12-14.
17. Zmień próbkę na rodnik **DPPH**. Wykonaj pomiar sygnału i jego analizę zgodnie z procedurą opisaną w pkt. 10 – 14, dla parametru **2 Mod Amplit.** o wartości **0,05 Gs**, **0.1 Gs** oraz **0.2 Gs** przy czym zmierzone sygnały zapisz kolejno pod nazwą: **dpph1.dcw**, **dpph2.dcw** i **dpph3.dcw**. Wyniki wpisz do Tabeli 1.

Tabela 1. Parametry sygnału EPR zmierzone dla TCNQ i DPPH**Swobodny elektron $g = 2.0023$**

| | TCNQ | | | DPPH | | | N_s |
|----------|----------|------------------------------------|----------------------------|----------|------------------------------------|----------------------------|--|
| | G | HDB (szerokość pasma) | A (powierzchnia) | G | HDB (szerokość pasma) | A (powierzchnia) | [wolnych rodników / cm^3] |
| mod 0.05 | | | | | | | |
| mod 0.1 | | | | | | | |
| mod 0.2 | | | | | | | |

Opracowanie wyników

1. Korzystając z otrzymanych wyników oblicz (dla każdego mod), na podstawie wzoru (1), zawartość wolnych rodników N_s w próbce TCNQ przyjmując DPPH jako standard, który posiada w badanej próbce $N_w = 2 \cdot 10^{12}$ wolnych rodników na cm^3 .

$$N_s = N_w \frac{A_{\text{TCNQ}}}{A_{\text{DPPH}}} \quad (1)$$

A_{DPPH} – wartość pola powierzchni pod sygnałem DPPH; A_{TCNQ} – wartość pola powierzchni pod sygnałem TCNQ.

2. Na podstawie danych z Tabeli 1 oblicz średnią zawartość wolnych rodników $N_{\text{sśr}}$ w próbce TCNQ.

$$N_{\text{sśr}} =$$

3. Oblicz błąd $\Delta N_{\text{sśr}}$ jako trzykrotność odchylenia standardowego ($3 \cdot \text{SD}$).

$$\Delta N_{\text{sśr}} =$$

4. Dokonaj zaokrąglenia i zestawienia wyników w postaci $(N_{\text{sśr}} \pm \Delta N_{\text{sśr}})$ [jedn.]:

$$N_{\text{sśr}} =$$

5. Zapisz wnioski wynikające z przeprowadzonych pomiarów.