

Korszerű vizsgálati módszerek labor jegyzőkönyv

Mag-mágneses rezonancia vizsgálata

CSÖRNYEI GÉZA

Eötvös Loránd Tudományegyetem
Fizika BSc III. évfolyam



'C' mérőcsoport

Mérés dátuma: 2018.03.08.

Mérés vezetője: Veres Gábor

1. Bevezetés

A mag-mágneses rezonancia a mágneses térbe helyezett anyagban fellépő azon jelenség, mely során egy másik, elektromágneses sugárzást az anyag rezonancia-szerűen elnyel. A laborgyakorlat során ezen jelenség vizsgálatát végeztük el, mely vizsgálat során meghatároztuk a víz és a fluor g-faktorát, valamint azok arányát, illetve sort kerítettünk a mérés eredményét befolyásoló hibaforrások vizsgálatára is.

2. Mérési elrendezés rövid ismertetése

A mérés során a mintát két elektromágneses tekercs közötti térbe helyeztünk. Az elektromágneses tekercsre egyenáramot kapcsoltunk egy áramgenerátor segítségével, így a létrehozott mágneses tér közelítőleg homogén lett. Az elrendezés ki lett egészítve további két elektromágnessel, melyekre periodikusan változó áramot kapcsoltunk (25 Hz), mely csupán néhány százalékkal tudta megváltoztatni a mágneses teret azzal a céllal, hogy a rezonanciajelenség jobban megfigyelhető legyen.

Felmerülhet a kérdés, hogy miért szükséges áramgenerátort használni a mérés során, miért nem elegendő egy feszültséggenerátor használata. A kiértékelés során látni fogjuk, hogy mérésünk során célunk volt a minél kisebb hibával történő mérés, illetve a fennmaradó hibák minél jobb becslése. Amennyiben feszültséggenerátort használtunk volna a mérés során, az esetben számolnunk kellett volna a tekercsek melegedésével: melegedés esetén megváltozik a vezetőkön átfolyó áram erőssége, ennek megfelelően változik a tekercsek által létrehozott mágneses tér is. Áramgenerátor használatával viszont az ezen jelenségből adódó hibát kiküszöbölhettük. Az áramgenerátorra szükséges volt egy multimétert kötnünk, mivel nem tudtuk milyen egységekben mérte a kiadott áramot az áramgenerátor. A moduláló jel esetében természetesen nem kellett ilyesmivel foglalkoznunk, ugyanis annak esetében nem volt szükséges a jel nagyságának pontos ismerete, csak arra volt szükségünk, hogy modulálja a homogén teret, ezért erre a célra feszültséggenerátort használtunk.

A mintát egy rezgőkörre kötve helyeztük be a mágneses térbe. A rezgőkör frekvenciáját ezen az eszközön állítottuk be, de a pontos mérést nem ennek segítségével végeztük. A rezgőkört és a tekercseket egy oszcillátor kapcsolásba kötöttük, majd a frekvenciamérés során ennek frekvenciáját hasonlítottuk össze egy frekvenciagenerátor által adott jellel. Ennek során azt a fontos rádiótechnikai ötletet használtuk fel, hogy két közeli, rádiófrekvenciás jel összege jól mérhető, kisfrekvenciás lebegést kelt, ezt a bekötött oszcilloszkóp segítségével pontosan mérni is tudtuk, így meg tudtuk határozni a rezgőkör frekvenciáját. Fontos megjegyezni, hogy az oszcilloszkópra érkező jelen kézzel egy fázistolást kellett végrehajtanunk, hogy annak vízszintes tengelyén valóban a moduláló tér aktuális értéke jelenjen meg.

A mérés során használt, még nem említett eszköz egy ballisztikus galvanométer volt. Az ehhez tartozó tekercs mágneses térbe helyezését majd hirtelen kirántását követően a galvanométer mutatója kilengett, mely kilengés maximuma egyenesen arányos volt a tekercsek közt található homogén mágneses térrel. Az arányossági tényező egy, már korábban meghatározott kalibrációs konstans (3.35 mT/osztás) volt.

3. Mérés menete és kiértékelése

3.1. Áramgenerátor skálája

Mivel az áramgenerátoron levő skála nem az amperben mért áramerősséget mutatta, ezért egy multiméter kötöttünk az áramgenerátor mögé, hogy a tényleges értéket is figyelemmel kísérhessük. Mivel minden a később bemutatásra kerül, a víz g-fakorának értékére irányuló mérés során mind a multiméter, mind az áramgenerátor által mutatott értéket feljegyeztük, lehetőség nyílt az áramgenerátor skálájának értelmezésére is. Az egyes mérési pontok az 1. táblázatban láthatók.

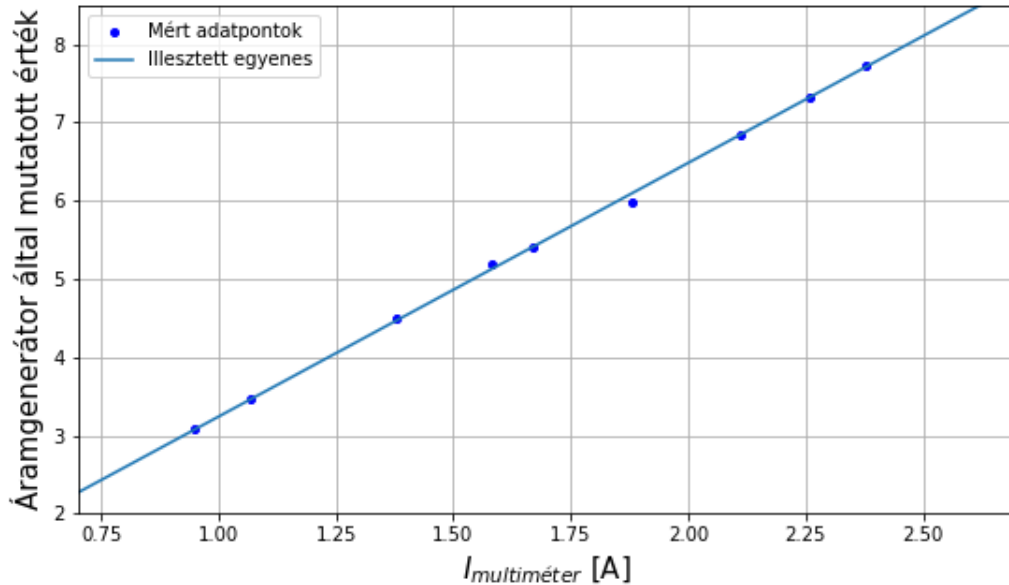
Multiméter áram [A]	Áramgenerátor egység
0.95	3.09
1.07	3.48
1.38	4.50
1.58	5.19
1.67	5.41
1.88	5.98
2.11	6.84
2.26	7.33
2.38	7.73

1. táblázat. Áramgenerátor egység meghatározása

A mért értékeket ábrázolhatjuk is. Feltételezhetjük, hogy a két érték között egyenes arányosság áll fenn, így az adatpontokra egy origón átmenő egyenest illesztve az arányossági tényező értékére 3.240 ± 0.011 A adódott. A hibát itt a multiméter leolvasási hibájának és az illesztés hibájának négyzetösszegét tekintettem:

$$\Delta a = \sqrt{\Delta I_{\text{leolvasás}}^2 + \Delta^2_{\text{illesztés}}}$$

Az illesztéshez tartozó ábra alább látható (1. ábra).



1. ábra. Áramgenerátor egység meghatározása

3.2. Hiszterézis vizsgálata

Abban az esetben, amennyiben nincs hiszterézis, elegendő lenne az áramerősség függvényében vizsgálni a rezonanciafrekvencia értékeket, ugyanis ez esetben arányosság állna fenn tekercsek között létrejövő mágneses tér és a ráadott áramerősség között. A hiszterézis azonban elrontja ezt az arányosságot, így érdemes megvizsgálnunk, hogy a mérési tartományban szükséges-e különálló, csak a mágneses teret mérő eszköz használata. A mérés során az alábbi értékeket mértük a mágneses terekre a különböző áramok esetére (2. táblázat):

I [A]	B [mT]	I[A]	B [mT]
0.95	97.15±4.43	1.88	159.13±5.81
1.07	107.20±4.63	2.11	174.20±6.19
1.38	123.95±4.99	2.26	187.60 ±6.53
1.58	137.35±5.29	2.38	201.00±6.87
1.67	147.40±5.53	-	-

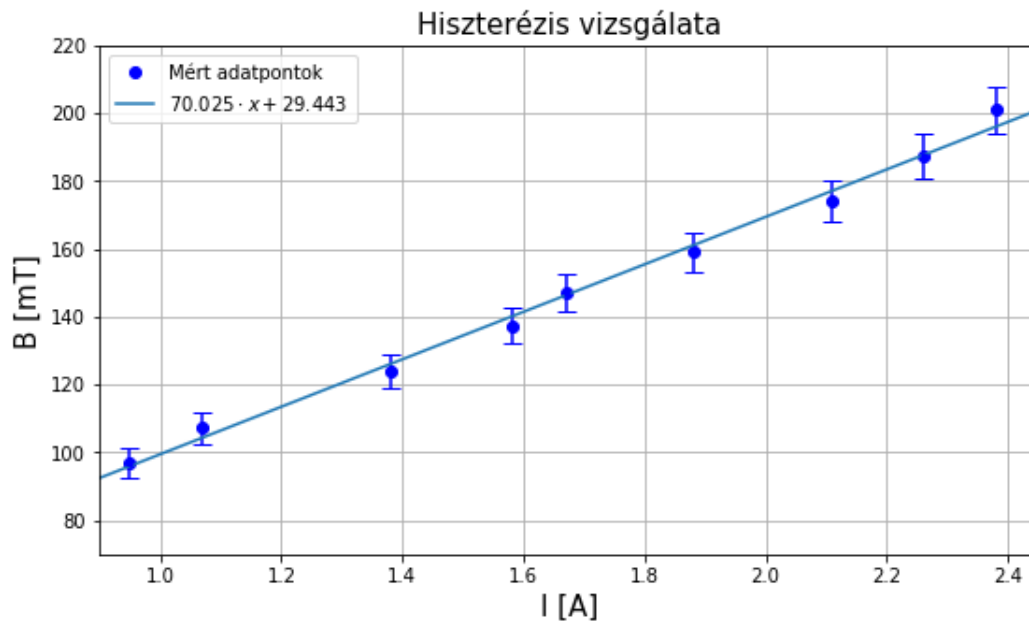
2. táblázat. A mérés során feljegyzett áramerősség és mágneses tér értékek.

Az áramerősség értékek hibája a leolvasási hibából adódóan ± 0.005 A volt, míg a mágneses indukciómérés hibája eredendően a leolvasási hibára vezethető vissza. A galvanométer skáláján csak egész értékeket lehetett leolvasni, így a leolvasási hiba ± 0.5 egység, azonban a mutató meglehetősen gyorsan mozgott, így az emberi tényezőt is figyelembe véve a leolvasás hibájának ± 1 egység tűnik megbízhatónak. A mérőeszköz kalibrációs értéke is rendelkezett hibával, mégpedig ± 0.1 mT-val. A

táblázatban is látható, mágneses indukcióértékek hibáit ezen két hibaérték segítségével számoltam, a relatív hibák négyzetösszegképletének segítségével:

$$\Delta B = B \sqrt{\left(\frac{\Delta_{\text{leolvasás}}}{B_{\text{leolvasott}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{\text{kalibrációs}}}{A_{\text{kalib}}}\right)^2}$$

ahol A_{kalib} a kalibrációs együttható.



2. ábra. Hiszterézis vizsgálata az adatpontokra történő egyenesillesztéssel

Bár a telítődés jelensége nem figyelhető meg a mérési tartományon, látható a 2. ábráról, hogy van egy nulladrendű tag a két mennyiség közötti összefüggésben, mely praktikusán azt jelenti, hogy akkor is van egy kis mágneses tér, ha nem engedünk áramot a tekercsre. Ezt a mágneses teret nevezzük remanenciának. Ezt gyakorlatban is megfigyeltük, a galvanométer mutatója valóban kilengett tekercs mágneses térbe történő behelyezésekor abban az esetben is, ha nem kapcsoltunk áramot a rendszerre.

3.3. Stabilitás vizsgálata

A frekvenciamérés hibájának jobb becsléséhez érdemes volt megvizsgálunk a rendszer stabilitását. Ehhez a rendszert egy beállított frekvencián magára hagytunk 10 percre és megmértük mennyit változott az abszorpciós csúcs helyzete. Mérésünk alapján a csúcs helyzete ez idő alatt 0.2 ± 0.05 egységgel változott meg. Az oszcilloszkópon egy egység (12 ± 1) kHz frekvenciakülönbségnek felelt meg. Ezen frekvenciakülönbséghez a hibát a leolvasás hibájának tekintettük, mely a skálaosztás és a csúcs kiterjedése által okozott együttes hiba becslése. Tehát a stabilitásból adódó hiba közelítőleg (2.4 ± 0.14) kHz 10 perces mérés esetén.

3.4. Inhomogenitás vizsgálata

A mérés hibáinak pontosabb feltérképezéséhez szükséges volt a létrehozott mágneses tér inhomogenitásának vizsgálata. Ennek során a rendszert ugyanazon áramerősségen és frekvencián tartva elmozdítottuk a mintát, majd vizsgáltuk mennyivel változik meg ezáltal az abszorpciós csúcs helyzete az oszcilloszkóp kijelzőjén. Ebből visszaszámoltam a frekvenciakülönbséget, mellyel következtetést tudtam levonni a frekvenciamérés hibájára vonatkozólag. Az egyes irányokban mért inhomogenitásokat a 3 . táblázat tartalmazza.

z irányú		x irányú		y irányú	
d (cm)	$\Delta\nu$ [kHz]	d (cm)	$\Delta\nu$ [kHz]	d (cm)	$\Delta\nu$ [kHz]
0.9	0	8.6	0	4.5	0
0.5	6.0	7.4	14.4	2.4	2.4
1.2	-3.6	9.9	-3.6	6.2	-1.2
-	-	11	-6.0	-	-

3. táblázat. Mágneses mező inhomogenitásai. Itt a z irány a tekercsek tengelyének iránya volt (jobb oldali tekercstől mérve), az x irány az erre merőleges vízszintes irányt (minta állvány és az asztal széle közötti távolságot mértük), az y irány pedig a függőleges irányt jelölte (tekercs aljától mérve).

A távolságmérés hibája leolvasásból adódóan körülbelül 1 mm volt, a frekvenciamérés hibájának itt csak a skálából származó leolvasási hibát (0.5 kHz) tekintettem.

A mérés során a mintát igyekeztük azonos helyre visszahelyezni, ez nagyságrendileg 1 cm-es pontossággal sikerült x és y tengely esetén, z tengely esetén ez pontosabb volt, körülbelül 0.5 cm. Az inhomogenitásból adódó hibát ebben az esetben úgy lehet figyelembe venni, hogy tekintjük a referenciaponttól vett 1 cm-es (illetve 0.5 cm) eltéréseket mindhárom tengely esetén, majd az ezekből kapott hibák négyzetösszegének gyökét tekintjük a hiba értékének. A z tengely esetében itt 5 kHz hibát becsülhetünk, míg ezen hiba az x tengely esetén 3 kHz, az y tengely esetén 0.6 kHz. Ennek értelmében a mágneses tér inhomogenitásából adódó hiba ilyen pontosságú beállítás esetén körülbelül 5.86 kHz.

3.5. Víz g-faktorának mérése

A laborgyakorlat során az egyik fő feladatunk a víz g-faktorának meghatározása volt. Ehhez a rezgőkört egy kiválasztott frekvenciaértékre állítottuk, majd addig állítottuk a frekvenciagenerátor adott jel frekvenciáját, míg az oszcilloszkópon nem láttuk a lebegés hatását. Ez után az áramgenerátort állítottuk egészen addig, amíg az oszcilloszkópon meg nem jelent a rezonanciához tartozó abszorpciós csúcs. Az abszorpció megjelenését, illetve a rezonanciát az alábbi képlettel lehet leírni:

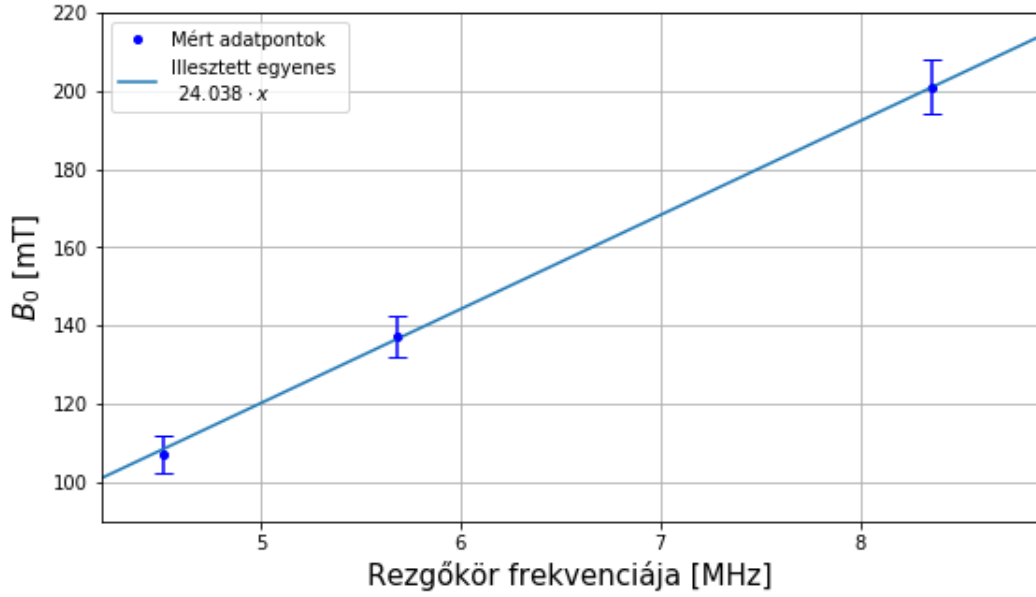
$$h\nu = \mu_N g B_0 \quad (1)$$

ahol ω a rezgőkör frekvenciája, μ_N a mag-magneton, g a mag g-faktora, B_0 a homogén mágneses tér indukciója. Ezen képlet levezetése megtalálható [1]-ben. Mérésünk során ω és B_0 párokat állítottunk be, majd a fent leírt egyenlet alapján, egyenesillesztés segítségével vizsgáltuk a két mennyiség közötti arányossági tényezőt. A mért adatokat a 4 . táblázat tartalmazza.

ν [MHz]	B_0 [mT]
4.514	107.20 ± 4.63
5.681	137.35 ± 5.29
8.355	201.00 ± 6.87

4. táblázat. A víz g-faktorának méréséhez tartozó adatok

A táblázatban felsorolt hibaértékeket a 2 . táblázatnál ismertetett módszer alapján számoltam. A frekvenciamérés hibája három tényezőből tevődött össze: a kijelző miatti leolvasási hiba, a mágneses tér inhomogenitása miatt fellépő hiba, valamint a rendszer stabilitása miatt fellépő hiba. Azonban ezen hibák mind csak kHz-es nagyságrendűek, így sokkal kisebb hibát okoznak a mérésben mint a mágneses tér hibái, így jelen táblázatban csak utóbbiakat tüntettem fel, mivel azok befolyásolták jobban a mérést. Az értékekre az 1 . egyenlet értelmében egyenest illesztettem, melynek meredekségéből meghatározható volt a víz g-faktora (3 . ábra).



3. ábra. Víz g-faktorának meghatározása

Az illesztés alapján az egyenes meredeksége $24.038 \frac{\text{mT}}{\text{MHz}}$, melynek az 1. egyenlet alapján egyenlőnek kell lennie $\frac{h}{\mu_N g}$ -vel. Ez alapján a víz (ezáltal a proton) g-faktorára az alábbi érték adódik:

$$g_{\text{víz}} = 5.462 \pm 0.212$$

Ezen érték hibáját a relatív hibák négyzetösszegéből számoltam, ahol az egyik hibátényező a mágneses indukciókra kapott relatív hiba ($\approx 3.9\%$) volt, a másik az illesztésből adódó hiba ($\approx 0.04\%$):

$$\Delta g = g \sqrt{\left(\frac{\Delta B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\Delta a}{a}\right)^2},$$

ahol a jelöli az illesztett egyenes meredekségét. A kapott érték nagyságrendileg megfelel a proton g-faktorának ($g_{\text{proton}} \approx 5.585$), bár meglehetősen nagy hibával rendelkezik a kapott érték, így lényegében a g-faktor értékének csupán nagyságrendnyi becslését végezhattük el, amelyet sikeresen el is végeztünk.

3.6. Fluor g-faktora

A fluor g-faktorának meghatározását hasonló módon végeztük, azonban ebben az esetben mindannyian csak egyetlen mérési ponttal dolgoztunk, így értelemszerűen egyenesillesztés nélkül, az 1. képlet szerinti számolással végeztük a g-faktor meghatározását. Ebben az esetben a g-faktor hibáját a frekvenciamérés és a mágneses indukció mérésének relatív hibáiból számoltam:

$$\Delta g = g \sqrt{\left(\frac{\Delta B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \nu}{\nu}\right)^2},$$

ahol a frekvencia hibáját a becsült hiba ($\approx 3\%$), a mágneses tér inhomogenitása által okozott hiba és a rendszer stabilitásából származó hiba négyzetösszegének gyökeként állt elő:

$$\Delta \nu = \sqrt{\Delta_{\text{becsült}}^2 + \Delta_{\text{inhomogenitás}}^2 + \Delta_{\text{stabilitás}}^2}.$$

Ennek felhasználásával a fluor g-faktorára adódó érték a mért $\nu = 6.697 \pm 0.2$ MHz frekvencia- és $B_0 = 160.8 \pm 5.853$ T mágneses indukcióértékek esetére:

$$g_{\text{fluor}} = 5.467 \pm 0.284.$$

A kapott érték sajnos nem egyezik meg az általunk várt, [1] alapján a proton g-faktoránál 5-10%-kal kisebb értékkel. Mindazonáltal megjegyzendő, hogy a kapott érték hibája is meglehetősen nagy; hibahatáron belül még megfeleltethető a mért érték a keresett g-faktornak, de a pontos értéket biztosan nem sikerült kellően megközelíteni. Ennek oka a mágneses tér továbbra is nagy hibája, melyet a laborgyakorlat következő mérésében ki sikerült küszöbölnünk.

3.7. Fluor és víz g-faktorainak aránya

Amennyiben a g-faktorok közvetlen mérése helyett azok arányát mérjük meg, kiküszöbölhetjük a mágneses tér okozta hibát. A mérésünk során ennek megvalósítása a következő módon történt: azonos áramokon megkerestük mind a teflon (fluor), mind a víz minta esetén a rezonanciafrekvenciát, majd az [1] egyenletből következően tekintettük azok arányát:

$$\frac{\nu_{\text{fluor}}}{\nu_{\text{víz}}} = \frac{\frac{\mu_N g_{\text{fluor}} B_0}{h}}{\frac{\mu_N g_{\text{víz}} B_0}{h}} = \frac{g_{\text{fluor}}}{g_{\text{víz}}}. \quad (2)$$

A különböző rezonanciafrekvenciákat, illetve a számolt g-faktorokat a 5. táblázat tartalmazza.

$\nu_{\text{v\acute{ı}z}}$ [MHz]	ν_{fluor} [MHz]	$g_{\text{fluor}}/g_{\text{v\acute{ı}z}}$
6.056	5.690	0.9396
8.177	7.693	0.9408

5. táblázat. Fluor g-faktorának vízéhez mért arányának mérése

Mivel az ilyen módon történő mérés során nem volt szükségünk a mágneses indukció értékére, ezért a mérés hibáját egyedül a frekvenciamérés hibája által is meghatározható, azonban mivel a táblázatban feltüntetett két mérés mellett további négy mérési pontunk is volt (melyet mérőtársaim dolgoztak fel), ezért lehetőség nyílt az empirikus hibabecslésre, mely pontosabb lehet mint az elméleti becsléseken alapuló hiba. Ennek oka, hogy míg az elméleti hibabecslésnél a lehető legrosszabb eseteket vesszük figyelembe, addig előfordulhat, hogy a valós mérés során sokkal optimálisabban sikerült dolgoznunk, mely egyedül a mérési értékekből látszik meg. Ennek alapján a g-faktorok arányának hibáját egyszerűen ezen arányok szórásaként értelmeztem, mely az átlagtól vett négyzetes eltérések átlaga. Így a g-faktorok aránya:

$$\frac{g_{\text{fluor}}}{g_{\text{v\acute{ı}z}}} = 0.9402 \pm 0.026.$$

A laborgyakorlat során elhangzott irodalmi érték 0.9409 ± 0.0003 , mellyel az általam kapott érték hibahatáron belül, három tizedesjegy pontossággal megegyezik. Ennek segítségével pedig ki tudjuk számolni a fluor g-faktorát a víz g-faktorának ismeretében:

$$g_{\text{fluor}} = 5.135 \pm 0.246,$$

amely sokkalta jobban megfelel elvárásainknak, mint az egyetlen mérésből származó érték. Fontos megjegyezni, hogy a kapott érték hibája nem a mérés pontatlanságából, hanem a referenciaként használt értékből ered: a számolás során a mérésünk során kapott proton g-faktor értéket használtam fel, mely még terhelve volt a mágneses tér általi nagy hibával. Amennyiben az irodalmi ([1]) értéket használom a számoláshoz, amely $g_p \approx 5.585486$, az esetben a fluor g-faktorára kapott érték:

$$g_{\text{fluor}} = 5.251 \pm 0.145,$$

vagyis közel feleakkora hibával becsülhető a fluor g-faktorának értéke.

4. Diskusszió

A laborgyakorlat során sikeresen meghatároztuk nagyságrendileg a proton és a fluor g-faktorának értékét, azonban a nagy mérési hibákból is látszik, hogy a pontos értékek meghatározásához sokkal optimálisabb körülmények lennének szükségesek, mint például a létrehozott mágneses tér jobb homogenitása, illetve a mérőrendszerek automatizálása, vagyis az emberi tényezők (leolvasási és beállítási hiba) sokkal kevésbé meghatározóvá változtatása, mivel az általunk végrehajtott mérésekből számolt értékeket főként ezen tényezők befolyásolták.

Hivatkozások

[1] : *Kiadott jegyzet:*

<http://atomfizika.elte.hu/kvml/docs/nmr-magyar.pdf>