



“Professor Bloch has told you how one can detect the precession of the magnetic nuclei in a drop of water. Commonplace as such experiments have become in our laboratories, I have not yet lost a feeling of wonder, and of delight, that this delicate motion should reside in all the ordinary things around us, revealing itself only to him who looks for it. I remember, in the winter of our first experiments, just seven years ago, looking on snow with new eyes. There the snow lay around my doorstep - great heaps of protons quietly precessing in the earth’s magnetic field. To see the world for a moment as something rich and strange is the private reward of many a discovery.”

Edward M. Purcell, Nobel Lecture, 11. Dezember 1952

## Versuchsanleitung

### Remoteversuch EFNMR Grundlagen

Version: 28.06.2020

Mit dem Terranova Kernspinspektrometer steht Ihnen ein Forschungsgerät zur Verfügung, das in ähnlicher Ausführung bereits in der Antarktis zur Vermessung von Eisbohrkernen eingesetzt wurde. Kernspinresonanz ist eine unwahrscheinlich vielseitige Untersuchungsmethode. Die Kopplung der verschiedenen Kerne innerhalb eines Moleküls wird für die Strukturanalyse in der Chemie eingesetzt. Die Wechselwirkung der Kernspins mit dem umgebenden Medium lässt Rückschlüsse auf dessen Struktur und Dynamik (Diffusion) zu. Dies findet sowohl in der Grundlagenforschung als auch in der Qualitätssicherung in der Industrie Anwendung. In der Medizin schließlich ermöglicht die Kernspintomographie die hochauflösende Darstellung von Strukturen innerhalb des Körpers.

### Literaturvorschläge

Coey, J. (2010). Magnetic resonance. In *Magnetism and Magnetic Materials* (pp. 305-332).

Cambridge: Cambridge University Press. ([Link Cambridge Verlag](#))

*Hier das Kapitel 9.3.*

McRobbie, D., Moore, E., Graves, M., & Prince, M. (2017). Getting in Tune: Resonance and Relaxation. In *MRI from Picture to Proton* (pp. 124-143). Cambridge: Cambridge University Press.

([Link Cambridge Verlag](#))

*Buch überwiegend mit medizinischen Anwendungen, aber Kapitel 9 gibt einen guten Überblick über die physikalischen Grundlagen*

Buxton, R. (2009). *Introduction to Functional Magnetic Resonance Imaging: Principles and Techniques*. Cambridge: Cambridge University Press. ([Link Cambridge Verlag](#))

*Kapitel 3 und vertiefend Kapitel 6*

Bergstrom Mann, P., Clark, S., Cahill, S. T., Campbell, C. D., Harris, M. T., Hibble S., To T., Worrall A., & Stewart, M. (2019). Implementation of Earth’s Field NMR Spectroscopy in an Undergraduate Chemistry Laboratory. *Journal of Chemical Education* 96 (10), 2326-2332 ([PDF](#))

*Überblick über alle Praktikumsaufgaben; bei guter Literaturrecherche finden sich auch ergänzende Informationen!*

[CompassMR](#), [FID](#) und [Bloch simulator](#) (<http://www.drcmr.dk/education-material>). Zu den Simulatoren gibt es Videos, die die jeweiligen physikalischen Prozesse erläutern.

## Themen zur Vorbereitung

[Angaben in eckigen Klammern beziehen sich auf das Kapitel im Terranova Student Guide auf der FP Homepage unter Setups>EFNMR Remote]

1. Kernspin, magnetisches Moment, gyromagnetisches Verhältnis (→ CompassMR-Simulation)
2. Kern-Zeeman-Effekt, Energiedifferenz der Zustände, Vergleich mit anderen Anregungszuständen im Atom
3. Drehimpuls,  $B_0$ ,  $B_1$ , Drehmoment, Präzession, Larmor-Frequenz (→ Bloch-Simulator)
4. Rotierendes Koordinatensystem (Zerlegung von linear polar.  $B_1$  in 2 gegenläufig zirkular polarisierte Komponenten, die um z-Achse rotieren),  $B_0$  verschwindet in Resonanz
5.  $90^\circ$ - bzw.  $\pi/2$ - und  $180^\circ$ - bzw.  $\pi$ -Puls
6. Bloch-Gleichungen, Free Induktion Decay FID (→ FID)
7. Resonanzbedingung im LCR-Schwingkreis (Empfang des NMR-Signals) [1.3.2]
8. Fourier-Transformation: Beispiele im Zeit- und Frequenzraum (Sinus (un-)endlicher Dauer, Rechteck-Puls und sinc-Funktion, exponentielles Abklingen, Voigt-Profil, Schwebung). Hier ist ein grundlegendes Verständnis der Zusammenhänge wichtig, nicht so sehr die Mathematik dahinter: wie wirken sich Änderungen im Signal auf das Spektrum aus und umgekehrt. Time Domain Filters [5.3.2] (→ FID)
9. Longitudinale Spin-Gitter- sowie transversale Spin-Spin-Relaxation,  $T_1$ [3.3],  $T_2$ ,  $T_2^*$  [4.3]
10. Hahn bzw. Spin-Echo, Carr-Purcell- und CPMG-Pulsfolge,  $180^\circ_x$ ,  $180^\circ_y$ , Phase
11. Aufbau der Terranova-Spule(n) [1.2]; Kompensation von Magnetfeldinhomogenitäten: Shimming; Gradientenfelder (WICHTIG: ein Gradient in x-, y-, z-Richtung bedeutet, dass der Betrag von  $B_0$  bei Bewegung parallel zur x-, y- oder z-Achse linear variiert, nicht aber, dass  $B_0$  zusätzliche Anteile in diese Richtung erhält!  $B_0$  zeigt immer in dieselbe Richtung. Gradient  $G_i = dB_z/di$ ,  $i = x, y, z$ ) [7.3]
12. Erdmagnetfeld: Dipolfeld, Flussdichte, Orientierung; Ausrichtung der Terranova-Spule im Erdmagnetfeld [1.4]
13. Besonderheiten EFNMR: Vorpolarisierung (pre-polarisation) [2.3.2], Empfindlichkeit, Probenvolumen

## Versuchsdurchführung und Aufgaben

Sie fertigen für diesen Grundlagenversuch und den danach folgenden Versuch zu den Anwendungen der EFNMR **eine gemeinsame Ausarbeitung** an. Es muss aber deutlich zu erkennen sein, welche Teile der Ausarbeitung sich auf welchen Versuchsteil beziehen.

Diese Versuchsdurchführung findet **vor dem Anwendungs-Versuch zur EFNMR** statt. Werten Sie zuerst Ihre Grundlagen-Messungen aus und besprechen Sie diese dann in der Nachbesprechung mit der Tutorin oder dem Tutor des Grundlagen-Versuchs. Verabreden Sie dann erst einen Termin für den Anwendungs-Versuch mit dem entsprechenden Tutor bzw. der Tutorin.

## Online-Besprechungen

Für die Besprechungen mit Ihrer Tutorin bzw. Ihrem Tutor ist jeweils ein Video-/Audio-Konferenzraum in ILIAS („Besprechungen mit Tutoren“) eingerichtet.

**Während des Versuchs** verwenden Sie den entsprechenden Konferenzraum unter „Besprechungen am Versuch“. Falls Sie alternative Kommunikationswege benutzen, **müssen Sie dennoch über diesen Konferenzraum erreichbar sein**.

## Vorbereitung der Messungen: Messplan

Wenn Sie Zugriff auf das Spektrometer haben, dann können Sie die Messzeit nur sinnvoll nutzen, wenn Sie sich bereits vorher Gedanken über die Parameter gemacht haben, die für die Messung empfohlen werden und die Sie für die Überprüfung Ihrer Hypothesen variieren müssen. Fertigen Sie deshalb einen Messplan an, aus dem die Reihenfolge Ihrer Messungen und die bereits festlegbaren

bzw. die erst während des Versuchs zu erarbeitenden Parameter klar hervorgehen. Überlegen Sie sich, welchen Zusammenhang Sie aufzeigen wollen und welche Parameter Sie dazu variieren bzw. konstant halten werden.

### Versuche zu den Grundlagen der Kernspinresonanz

Die Spule ist bereits im Erdmagnetfeld ausgerichtet.

[Angaben in eckigen Klammern beziehen sich auf das Makro im Steuerprogramm oder auf das Kapitel im Terranova Student Guide]

1. Richten Sie sich ein Arbeitsverzeichnis ein: Desktop/Daten/SoSe2020/xy. xy steht dabei für Ihr Kürzel.
2. Bestimmen Sie die Amplitude des Rauschsignals und dessen spektrale Signatur. [Monitor Noise, 1.4.1 im Terranova Student Guide].
3. Bestimmen Sie den Verlauf der Resonanzfrequenz der Spule in Abhängigkeit der Kapazität im Empfangsschwingkreis [Analyse Coil, 1.4.1].
4. Detektieren Sie das  $^1\text{H}$ -Signal der Wasserprobe [Pulse and Collect, 1.4.2]. Optimieren Sie das Signal und dokumentieren Sie Ihre Fortschritte! Also zuerst den Ausgangszustand festhalten und anschließend die Stufen Ihrer Optimierungen.  
Checkliste: Shimming [AutoShim, 2.4.3]; C optimiert (NMR-Signal auf Coil Ringdown abbilden [Abb. 1.24]); Anregungsfrequenz = Larmor-Frequenz; Länge des Anregungspulses  $B_1$  [B1 Duration, 2.4.4]<sup>1</sup>.
5. SEHR WICHTIG: Dokumentieren Sie alle optimierten Einstellungen, also insbesondere die Shimming-Ströme, Larmor-Frequenz,  $B_1$ -Dauer, ..., sodass Sie immer wieder zu diesen optimalen Einstellungen zurückkehren können!
6. Charakterisieren Sie Ihren optimierten FID (Amplitude, Linienbreite, Integral unter der Kurve, Signal-zu-Rauschverhältnis, reelles und imaginäres Signal).
7. Untersuchen Sie die longitudinale Spin-Gitter-Relaxation sowohl im Polarisierungs- als auch im Erdfeld [T1 Bp und T1 Be, 3.4]
8. Die Grundlage für die folgenden Methoden bildet das Hahn Echo. Manipulieren Sie dazu die Spins Ihrer Probe mithilfe der Kombination  $\pi/2 - \tau - \pi$ . Dadurch refokussieren die Spins in der Transversalebene wieder und es bildet sich ein messbares Signal, das Spin-Echo [Spin Echo (with Shims), 4.4.2]. Untersuchen Sie Amplitude und Integral des spektralen Peaks bei unterschiedlichen Shimming-Einstellungen und vergleichen Sie jeweils auch die FIDs in einem Pulse and Collect-Experiment. Wo beobachten Sie  $T_2$ , wo  $T_2^*$ ?
9. Untersuchen Sie Pulsfolgen mit mehreren Echos [5]. Variieren Sie dazu den Phasenwinkel zwischen dem  $\pi/2$ - und dem  $\pi$ -Puls (*90 pulse phase*) und zwischen den aufeinanderfolgenden  $\pi$ -Pulsen (*180 pulse phase* sowie *Constant/Alternating 180 pulse phase*).
10. Untersuchen Sie die Spin-Spin-Relaxation [T2 (with Shims), 4.2]. Dokumentieren Sie den Einfluss der Magnetfeldhomogenität [4.4.3] und des *Phase cyclings* (zur Kompensation einer nicht-optimalen Länge des  $\pi$ -Pulses) auf die Qualität Ihrer T2-Messungen.

---

<sup>1</sup> Wählen Sie für *Minimum B1 duration* und die *B1 step size* die halbe Periodendauer einer Schwingung bei der Larmor-Frequenz, z.B.  $0.5 \cdot (1/1823 \text{ Hz}) = 0,27 \text{ ms}$