

Kernspinresonanz

Daniel Friedrich & Ulrich Müller

Mithilfe von drei Röntgenanoden sowie verschiedenen Streuobjekten konnten wir die theoretischen Werte der K_α - und K_β -Linie von Kupfer, Eisen und Molybdän bestätigen. Zudem war die Feinstruktur von Eisen und Molybdän im Spektrum erkennbar. Über das Duane-Hunt-Gesetz haben wir Plancksche Wirkungsquantum zu bestimmt. Anhand des Effekts der inelastischen Streuung von Photonen an Elektronen haben wir die Compton-Wellenlänge zu ermittelt. Schließlich haben wir zwei Laue-Aufnahmen eines Materials gemacht, den Reflexen Miller-Indices zugeordnet und damit die Diamandstruktur der Probe identifiziert haben.

Betreuer: Dr. Charles Gould

Versuchsdurchführung am 18. Oktober 2013

Protokollabgabe am ?? . Oktober 2013

1 Einleitung

Befindet sich ein Atomkern mit einem nichtverschwindenden Spin in einem Magnetfeld, so kann er elektromagnetische Strahlung absorbieren sowie emittieren. Dieser Effekt wird als Kernspinresonanz (eng.: nuclear magnetic resonance NMR) bezeichnet. Zurückzuführen ist der Effekt auf das magnetische Moment, das durch den Spin des Atomkerns hervorgerufen wird. Dieses magnetische Moment besitzt, je nach Orientierung in einem äußeren Magnetfeld, unterschiedlich viel Energie. Die Energieaufspaltung eines Spins im äußeren Magnetfeld wurde zuerst im Jahre 1896 von Pieter Zeeman an Elektronen in einem Atom und 40 Jahre später von Isidor Rabi an Atomkernen nachgewiesen [citation needed]. Kleinste Unterschiede im lokalen magnetischen Feld von Atomkernen werden in der Chemie eingesetzt um Informationen über den Bindungszustand von Atomen zu gewinnen. Die Unterscheidung von Materialien aufgrund der Kernspinresonanz ermöglicht in der Magnetresonanztomographie zerstörungsfrei Bilder von organischen Proben in Echtzeit aufzunehmen. [citation needed, vielleicht was von der Uni zitieren]

2 Theorie

Die Theorie der Kernspinresonanz ist auf die Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment des Atomkerns und dem äußeren Magnetfeld zurück zu führen. Das magnetische Moment des Kerns wird dabei

von dessen Spin verursacht und folgt der Beziehung

$$\boldsymbol{\mu} = g \frac{\mu_N}{\hbar} \mathbf{s} \quad (2.1)$$

mit g dem Landé-Faktor, \hbar dem planck'schen Wirkungsquantum und μ_N dem Kernmagneton. Für ein Proton entspricht dabei das Kernmagneton äquivalent zum Bohrschen Magneton $\mu_N = \frac{e\hbar}{2m_p}$ mit m_p der Protonenmasse. Der Landé-Faktor des Protons beträgt etwa 5.59.

Befindet sich das magnetische Moment nun in einem Magnetfeld, so besitzt es die potentielle Energie

$$E_M = -\boldsymbol{\mu} \cdot \mathbf{B} \quad (2.2)$$

und ist somit in seiner energetisch günstigsten Position, wenn es parallel zum äußeren Feld ausgerichtet ist.

Jedes geladene Teilchen mit Drehimpuls \mathbf{J} besitzt einen magnetischen Dipol $\boldsymbol{\mu}$, wodurch in einem Magnetfeld \mathbf{B} ein Drehmoment \mathbf{M} auf das Teilchen wirkt. Hierdurch beginnt der Drehimpuls des Teilchens um das angelegte Magnetfeld mit $\mathbf{M} = \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B}$ zu präzedieren. Die Präzessionsbewegung kann nach Radestock [3] durch

$$d\mathbf{M}(t) = \gamma \mathbf{M}(t) \times \mathbf{B}(t) dt \quad (2.3)$$

beschrieben werden, wobei γ dem gyromagnetischen Verhältnis entspricht, durch das ebenso die Richtung und Größe des Dipols mit $\boldsymbol{\mu} = \gamma \mathbf{J}$ definiert ist. Die Frequenz der Präzession wird Larmorfrequenz ω_{Larmor}

genannt und ist gegeben durch [2]

$$\omega_{\text{Larmor}} = \frac{g\mu N}{\hbar} B = \gamma \cdot B \quad (2.4)$$

mit dem Landé-Faktor g .

In einer Probe kommt ein großes Ensemble von Protonenspins vor, sodass sich die Gesamtmagnetisierung \mathbf{M} der Probe aus der Summe der Erwartungswerte aller magnetischen Momente ergibt [3].

$$\mathbf{M} = \sum_{k=1}^N \langle \psi_k | \hat{\boldsymbol{\mu}} | \psi_k \rangle \quad (2.5)$$

$|\psi_k\rangle$ beschreibt hier die Zustandsfunktionen der N Protonen. Um nun die dynamische makroskopische Magnetisierung der Probe zu beschreiben werden die sogenannten Bloch-Gleichungen verwendet [3].

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = \gamma \mathbf{M} \times \mathbf{B}(t) - e_x \frac{M_x}{T_2} - e_y \frac{M_y}{T_2} - e_z \frac{M_z}{T_1} \quad (2.6)$$

$T_{1,2}$ sind hier Relaxationszeiten, wobei T_1 der Zeit entspricht, mit der sich die Spintemperatur an die Temperatur des Gesamtsystems angleicht (z -Richtung) und T_2 der Zeit, in der die Spins in x - y -Richtung dephasieren.

Im Experiment befindet sich die Probe in einem statischen Magnetfeld B_0 , wodurch eine Präzession mit der Larmorfrequenz um die Magnetfeldachse zustande kommt. Wird nun ein zusätzliches zirkular polarisiertes Feld B_1 eingestrahlt, kann der Drehwinkel der Präzessionsbewegung verändert werden. Das zirkulare Feld B_1 wird mit der selben Frequenz wie die Präzessionsfrequenz der Teilchen eingestrahlt. Hierdurch wirkt im Bezugssystem des Spins ein konstantes Magnetfeld, welches die Präzessionsbewegung des Drehimpulses neu ausrichtet. Stehen B_1 und B_0 genau senkrecht aufeinander, wird der Drehwinkel um exakt 90 gedreht. Die nötige Frequenz des zirkularen Feldes B_1 wird durch die Resonanzfrequenz ν_{res} beschrieben [3]

$$\nu_{\text{res}} = \frac{\gamma B_0}{2\pi} \quad (2.7)$$

und entspricht genau der Larmorfrequenz der Präzessionsbewegung der Teilchen.

Befinden sich die Protonen nicht dauerhaft im zirkularen polarisiertem Magnetfeld, so kann erreicht werden, dass sich die Magnetisierung nur um einen gewissen Winkel, den Drehwinkel Φ , dreht. So kann erreicht

werden, dass sich die Magnetisierung von der z - z.B. in die x -Achse Dreht. Der Drehwinkel ergibt sich aus dem gyromagnetischen Verhältnis γ , der Magnetfeldstärke B_1 und der Zeit t_{Spule} in der sich die Protonen im Magnetfeld befinden

$$\Phi = \gamma B_1 t_{\text{Spule}}. \quad (2.8)$$

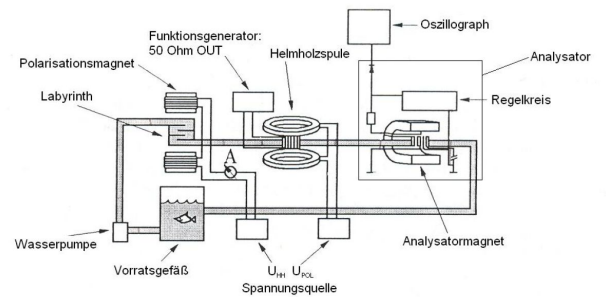
In der Realität kämpft man mit zwei Herausforderungen: Erstens entspricht die Anregungsfrequenz oft nicht der Frequenz, mit der die Protonen um die z -Achse präzedieren und zum andern ist die Zeit t_{Spule} aufgrund unterschiedlicher Geschwindigkeiten der Protonen nicht identisch. Die Abweichung der Anregungsfrequenz kann zumindest für unendlich große Relaxationszeiten analytisch gelöst werden. Die normierte z -Komponente der Magnetisierung ergibt sich dabei zu

$$\frac{M_z(\Phi, \nu)}{M(t=0)} = \frac{1}{1 + u(\nu)^2} \left[u(\nu)^2 + \cos(\Phi) \sqrt{1 + u(\nu)^2} \right]. \quad (2.9)$$

Die Verweildauer der Protonen in der Spule kann durch eine Gaußfunktion genähert das obere Ergebnis als Integral über unterschiedliche Drehwinkel numerisch gelöst werden.

3 Experimenteller Aufbau

Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abbildung ?? schematisch dargestellt.



Das für die Magnetisierung verwendete destillierte Wasser wird von einer Pumpe mit einstellbarer Geschwindigkeit (über die betriebene Spannung) durch einen Wasserkreislauf gepumpt. Als erstes wird das Wasser durch einen Polarisationsmagneten befördert. Im Magneten durchläuft es ein Labyrinth mit dem die Verweildauer erhöht wurde um eine ausreichende Magnetisie-

nung zu erzeugen. Das magnetisierte Wasser durchläuft dann ein Hemholzspulenpaar mit dem ein statisches Magnetfeld erzeugt werden kann. Im Zentrum der Spulen ist der Wasserschlauf von einer Einstrahlspule umwickelt, die über ein Funktionsgenerator mit $50\ \Omega$ Output, ein Wechselfeld B_1 erzeugen kann. Mit dem Wechselfeld kann im Versuch die Richtung der Magnetisierung manipuliert werden. Der Teil wird somit auch Manipulator genannt.

4 Versuchsdurchführung

4.1 Inbetriebnahme des Funktionsgenerators

- Geräte überprüfen
 - Vergleich Funktionsgenerator mit Oszillograph
- führt zu Korrekturfaktoren
- Vergleich Funktionsgenerator mit Oszillograph bei angeschlossener Einstrahlspule – Vorwiderstand $47\ \Omega$ Ausgangswiderstand $50\ \Omega$
- liefert Eichfaktor – Funktionsgenerator/Einstrahlspule

4.2 Inbetriebnahme Wasserkreislauf, Polaristor und Analysator

- Pumpe und Polarisationsstrom anschalten (Helmholtz und Manipulation aus)
- Analysator anschalten
- Signal des Detektors (Analysator/Schwingkreis) anschauen
- Ziel: Resonanzfall finden; Ändern der Frequenz des Schwingkreises bis Peaks sichtbar

4.3 Inbetriebnahme Computer und Messung von $S_2(t_{12})$

- Messung von $S(t)$ und Resonanzfrequenz bei verschiedenen Impulsabständen t_{12}
- d.h. Resonanzfall finden und leicht verstellen + schauen was passiert – Abstände der Peaks
- Signal mit und ohne Terminator betrachten
 - Frequenz des Schwingkreises ändern + zehn Aufnahmen mit dem Computer – Frequenz notieren!

- schrittweise Änderung der Analysatorspule – Aufnahme der Zeitdifferenz der Peaks
- Resonanzfrequenz bei $t_{12} = 10\text{ ms}$
- ⇒ Energieaufspaltung und Magnetfeld im Analysator

4.4 Inbetriebnahme Sample and Hold Verstärker und Messung von $S_2(t, I_{\text{pol}})$

- Anschließen Sample and Hold Verstärker
 - Einstellen der Phase über Oszillograph auf S_2 und Messung von $S_2(t)$ verschiedenen Polarisationsströmen I_{pol}
- Abhängigkeit der Höhe von $S_2(t)$ von der Polarisationsstromstärke I_{pol}
- Messung Polarisationsstrom und Magnetfeld mit Hall-Sonde → linearer Zusammenhang
- Linearität von Magnetfeld zur Signalhöhe

4.5 Messung der Spindrehung im Störfeld, $S_2(\nu)$

- Anschließen Einstrahlspule und Funktionsgenerator
 - Suchen der Resonanz im Störfeld und Messung der Resonanz im Phasenraum
 - Protonen im Erdmagnetfeld Larmorfrequenz $\approx 1.2\text{ kHz}$
 - Funktionsgenerator Amplitude 50 mV
- Spektrum aufnehmen mit Frequenzgrenzen, dass 1000 Hz durchgefahren wird – Durchlaufzeit ca. 60 s
- Messung in anderen Frequenzintervallen ober- und unterhalb der Resonanzfrequenz im Erdmagnetfeld
- Resonanzfrequenz außerhalb berechneten Stelle – Warum?
- Messung bei steigender und fallender Frequenz → 2 verschobenen, richtige in der Mitte
 - Amplitude auf 20 mV und Frequenzbereich auch 200 Hz
 - Resonanzkurven in mehreren Frequenzfenster ohne Bereichsänderung mit Amplituden von $10\text{--}100\text{ mV}$ im Abstand von 5 mV
 - Wann Resonanzpeak besonders deutlich
- Auflösung des Phasenraums in Amplitude und Frequenz

- Resonanzfrequenz genau einstellen, Amplitudenbereich so, dass möglichst viele Spindrehungen zu sehen
- Aufnahme der Spindrehung in Abhängigkeit der Amplitude

4.6 Messung der Resonanz im Feld der Helmholtzspulen

•

4.7 Bestimmung der Relaxationszeit von Protonen

- Pumpe aus (20s) Messung starten – 2s Pumpe wieder an
 - Stärke Signal in Abhängigkeit der Pumpleistung messen
- Relaxationszeit

4.8 Bestimmung des Störfeldes

- Messung der Resonanzfrequenz für positive und negative Helmholtzströme
- Störfeld

5 Auswertung

5.1 Inbetriebnahme des Funktionsgenerators

5.2 Inbetriebnahme Wasserkreislauf, Polaristor und Analysator

5.3 Inbetriebnahme Computer und Messung von $S^2(t_{12})$

5.4 Inbetriebnahme Sample and Hold Verstärker und Messung von $S^2(t, I_{\text{pol}})$

5.5 Messung der Spindrehung im Störfeld, $S^2(\nu)$

5.6 Messung der Resonanz im Feld der Helmholtzspulen

5.7 Bestimmung der Relaxationszeit von Protonen

5.8 Bestimmung des Störfeldes

6 Zusammenfassung

Wir konnten mit dem Versuch einen guten Einblick in die Röntgenspektroskopie gewinnen. Die charakteristischen Linien von Eisen, Molybdän und Kupfer wurden mit recht hoher Genauigkeit nachgewiesen, wobei der größte Abstand von unseren Bestwerten zu den Theoriewerten 0.65 % betrug. Im Rahmen der Fehler gab es keine Abweichung. Das empirische Gesetz zwischen der Intensität der charakteristischen Strahlung und der Spannung zeigt systematische Abweichungen für Spannungen ab 30 kV und sollte eher als Faustregel verstanden werden. Das Duane-Hunt-Gesetz hingegen konnte gut bestätigt werden und hat uns erlaubt, das Plancksche Wirkungsquantum zu bestimmen. Das Moseley-Gesetz wurde ausführlich diskutiert und hat gute Abschätzungen für die Rydberg-Konstante ergeben. Allerdings ist die Auswertung der *Abschirmkonstante* $\sigma(Z)$ nicht wirklich sinnvoll. Mit dem Compton-Effekt konnte eine überraschend gute Bestimmung der Compton-Wellenlänge durchgeführt

werden. Eine vollständige Aufnahme des Transmissionspektrums von Al im gesamten Wellenlängenbereich der Kupferanode würde helfen zu verstehen, warum die Näherung eines linearen Spektrums solch gute Ergebnisse liefert. Die Laue-Aufnahme hat insgesamt gut funktioniert. Allerdings könnte man die Aufhängung der Dentalfilme zum Beispiel mit einer optischen Bank o.Ä. verbessern. Dadurch wird ein zentrales Auftreffen garantiert. Die Auflösung der Filme ist gut, eine größere Fläche wäre zwar wünschenswert, ist für die Auswertung aber nicht unbedingt notwendig.

Literatur

[1]

[2] MÜLLER, Herbert: *Magnetische Kernresonanz*, Physikalisches Institut der Universität Würzburg, Dissertation, Februar 1990. – URL http://www.physik.uni-wuerzburg.de/fileadmin/11999999/Staatsexamensarbeit_Mueller_NMR.pdf

[3] RADESTOCK, Oliver: *Anleitung - Magnetische Kernresonanz*. Physikalisches Institut der Universität Würzburg. Juli 2009. – URL http://www.physik.uni-wuerzburg.de/fileadmin/11999999/NMR_Anleitung_Jul2009.pdf. – Physikalisches Fortgeschrittenen Praktikum

7 Anhang