

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.

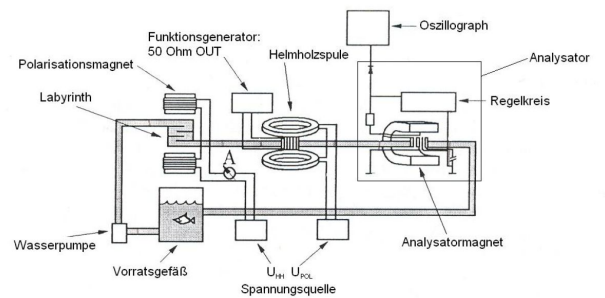


Abb. 1: Schematischer Versuchsaufbau nach Rade-stock [3].

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 Magnetisierung zu erzeugen. Das magnetisierte Wasser durchläuft dann ein Helmholtzspulenpaar mit dem ein statisches Magnetfeld erzeugt werden kann. Im Zentrum der Spulen ist der Wasserschlauch von einer Einstrahlspule umwickelt, die über ein Funktionsgenerator mit 50Ω 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. Aus dem Manipulator wird das Wasser in den Analysator gepumpt, in dem die z -Komponente der Magnetisierung gemessen werden kann. Der Analysator besteht aus einem Hufeisenmagneten, der ein konstantes Magnetfeld erzeugt. Der Hufeisenmagnet ist zudem mit einer Spule umwickelt an die ein Wechselfeld mit 50 Hz , das sogenannte Wobbelfeld, angelegt wird. Somit können wir ein sich zeitlich langsam änderndes Magnetfeld erzeugen, das zu jedem Zeitpunkt für die Magnetisierung als statisch angesehen werden kann. Um den Schlauch im Inneren des Hufeisenmagneten ist eine weitere Spule gewickelt, die mit einem Schwingkreis verbunden ist, dessen Frequenz des Wechselfeldes wir einstellen können. Nach dem Analysator gelangt das Wasser zurück in einem Sammelbehälter indem durch eine lange Verweilzeit das Wasser vollständig depolarisieren kann. Der Sammelbehälter schließt letztendlich den Wasserkreislauf.

Durch den Aufbau des Analysators kann die Frequenz des Regelkreis ebenso auf Resonanzfrequenz eingestellt werden, wodurch Übergänge zwischen den Energieniveaus der Protonen angeregt werden. Dieser Übergang absorbiert oder überträgt Leistung auf den Schwingkreis. Der Schwingkreis wird automatisch nachgeregelt. Aus diesem Leistungsausgleich entsteht unser Messsignal. Das Signal des Analysators kann über einen Sample/Hold Verstärker (S/H-Verstärker) mit dem Oszillographen verbunden und mit dem Computer ausgelesen werden. Der S/H-Verstärker wird durch die selbe Sinusspannung getriggert, die das Wobbelfeld erzeugt. Der Verstärker misst zu jedem Triggerimpuls kurz das Messsignal und gibt es bis zum nächsten Impuls als Gleichspannung aus. So kann durch richtige Einstellung der Phase die Höhe der Resonanzpeaks ausgelesen werden.

Die gesamte Beschaltung des Messaufbaus ist in Abbildung 2 gezeigt. Im Versuch wurden allerdings nur für den jeweiligen Versuchsteil wichtige Geräte miteinander

verschaltet.

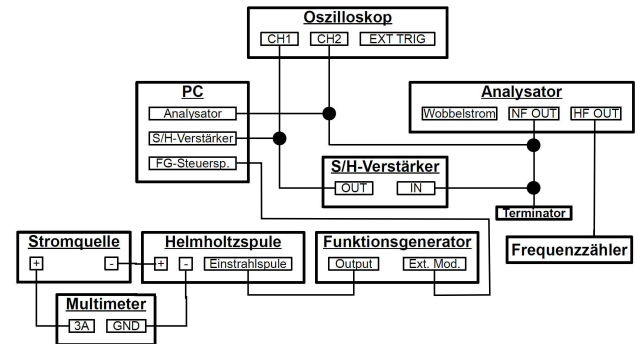


Abb. 2: Beschaltung des gesamten Messaufbaus. Auszüge aus Radestock [3].

4 Versuchsdurchführung

4.1 Inbetriebnahme des Funktionsgenerators

- Geräte überprüfen
 - Vergleich Funktionsgenerator mit Oszillograph
- führt zu Korrekturfaktoren
- Vergleich Funktionsgenerator mit Oszillograph bei angeschlossener Einstrahlspule – Vorwiderstand 47Ω Ausgangswiderstand 50Ω
- 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 Einstrahlungspule 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 (20 s) Messung starten – 2 s 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

Um die Genauigkeit des Funktionsgenerators zu überprüfen wird dieser mit dem Oszillographen verbunden. Mit den eingestellten Werten von 50 mV bzw. 100 mV in der Amplitude und 1.3 kHz bzw. 2.6 kHz in der Frequenz des Funktionsgenerators messen wir das Signal über den Oszillator, der für die Aufnahme mit dem Computer verbunden ist. An die erhaltenen Messsignale fitten wir jeweils eine Cosinus-Funktion um die Schwankung, die durch die diskrete Zeitauflösung zustande kommt, auszugleichen. Der Fehler der Werte ergibt sich aus der Ungenauigkeit in der Amplitude

des Funktionsgenerators von 2 %. Der Fehler der Fitfunktion kann gegen den Fehler in der Amplitude vernachlässigt werden. Für die vier Messungen vergleichen wir jeweils die Spitze/Spitze Werte, die Amplituden und den Effektivwert. Die Werte sind in Tabelle 1 aufgelistet.

Funktionsgenerator		Oszillograph Spannung in mV		
Amplitude	Frequenz	Spitze/Spitze	Amplitude	Effektiv
50 mV	1.3 kHz	50.2 ± 1.0	100.6 ± 2.0	$35.55 \pm$
50 mV	2.6 kHz	49.9 ± 1.0	99.9 ± 2.0	$35.31 \pm$
100 mV	1.3 kHz	100.2 ± 2.0	200.2 ± 4.0	$70.87 \pm$
100 mV	2.6 kHz	100.3 ± 2.0	200.6 ± 4.0	70.93 ± 0.14

Tab. 1: Vergleich der eingestellten Werte am Funktionsgenerator mit den am Oszilloskop gemessenen Daten, sowie die gemessenen Spitze/Spitze Werte, die Amplituden und Effektivwerten.

Aus dem Vergleich der Werte in Tabelle 1 ergibt sich im Rahmen der Fehler kein Unterschied zwischen den Werten am Oszillographen und den eingestellten Werten. Anhand der berechneten Werte erkennt man, dass die Genauigkeit des Funktionsgenerators auch bei unterschiedlichen Amplituden und Frequenzen erhalten bleibt.

Die Einstrahlspule im Manipulator besitzt einen kleinen Innenwiderstand. Allerdings ist der Spule um den Strom zu begrenzen und messbar zu machen ein Vorwiderstand von 47Ω eingebaut [3]. Aus dem zusätzlichen Ausgangswiderstand des Funktionsgenerators von 50Ω wird die Amplitude der Ausgangsspannung reduziert [3]. Um für nachfolgende Messungen einen Eichfaktor E_{Spule} zu erhalten haben wir obige Messung für eine Frequenz von 1.3 kHz und die Amplituden 10 mV, 20 mV, 50 mV, 100 mV, 200 mV und 500 mV wiederholt. Hierbei haben wir jeweils eine Messung mit und eine ohne angeschlossener Einstrahlspule aufgenommen. Zur Bestimmung des Eichfaktors E_{Spule} haben wir in Abbildung 3 die gemessenen Spannungen mit angeschlossener Spule U_{ES} über die eingestellten Spannungen des Funktionsgenerators U_{FG} aufgetragen.

Die Werte in Abbildung 3 sind mit den entsprechenden Fehlern in der Amplitude des Funktionsgenerators (2 %) aufgetragen. Zur Bestimmung der Steigung haben wir eine ausgleichende Gerade mit Fehlergeraden an die Daten gelegt. Die Fehler des Fits können vernachlässigt werden. Für den gemessenen Eichfaktor ergibt sich somit

$$E_{\text{Spule}} = \frac{U_{\text{ES}}}{U_{\text{FG}}} = 0.4839 \pm 0.0097 \quad (5.1)$$

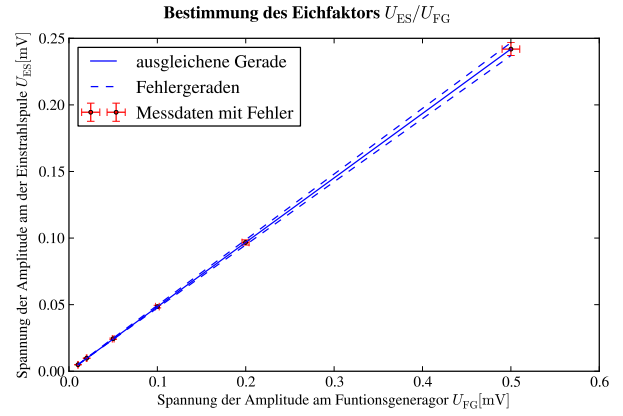


Abb. 3: Gemessene Spulenspannung an der Einstrahlspule U_{ES} über die eingestellte Spannung am Funktionsgenerator U_{FG} zur Bestimmung des Eichfaktors.

Aus den gemessenen Werten erkennen wir, dass der Eichfaktor unabhängig von der gemessenen Frequenz der Wechselfrequenz an der Einstrahlspule ist. Dies ist auch wichtig um den Eichfaktor für spätere Versuche verwenden zu können, da dort an unterschiedlichen Frequenzen gemessen wird.

Der Eichfaktor kann zudem theoretisch aus der Kenntnis der Widerstandswerte bestimmt werden.

$$E_{\text{Spule,theo}} = \frac{R_{\text{ES}}}{R_{\text{FG}} + R_{\text{ES}}} = 0.4845 \pm 0.0097 \quad (5.2)$$

Der Fehler ergibt sich aus dem geschätzten Fehler des Vorwiderstandes von 2 %.

Aus dem Vergleich des experimentell bestimmten Wertes mit dem berechneten sehen wir im Rahmen der Fehler eine sehr gute Übereinstimmung. Für nachfolgende Messungen verwenden wir somit den aus unserer Messung erhaltenen Eichfaktor.

5.2 Inbetriebnahme Wasserkreislauf, Polaristor und Analysator

In diesem Versuchsteil sollte bei eingeschalteter Wasserpumpe, Analysator und Polaristor der Schwingkreis des Analysators auf die Resonanzfrequenz eingestellt werden. Das Signal konnten wir über den Oszillographen beobachtet und durch verändern der Frequenz des Schwingkreises so einstellen, dass die erhaltenen Resonanzsignale mit einem äquidistanten Abstand detektiert werden.

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

Im dritten Versuchsteil soll die Resonanzfrequenz der Protonenspins im Magnetfeld des Analysator-Magneten bestimmt werden. Daraus lassen sich die magnetische Feldstärke des Analysator-Magneten und die Energieaufspaltung der Protonen-Spins bestimmen. Wir variieren dazu die Analysatorfrequenz in kleinen Schritten. Zweimal pro Periode des Wobbelstromes tritt dabei der Resonanzfall im äußeren Feld auf, wie in Abb. 4 skizziert ist. Damit wird deutlich, dass die Re-

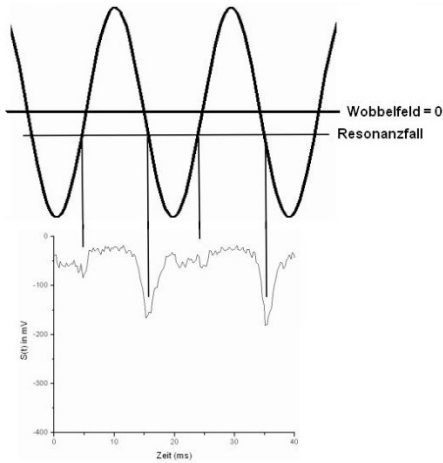


Abb. 4: Die Analysatorfrequenz trifft zweimal pro Periode des Wobbelfeldes die Resonanzfrequenz. Sie bestimmt mit ihrer Höhe den zeitlichen Abstand zweier Resonanzfälle.

sonanzfrequenz und der zeitliche Abstand t_{12} zwischen zwei Resonanzfällen einen Cosinus-Zusammenhang besitzen. Wie in Abb. 5 messen wir für 10 verschiedene Analysatorfrequenzen den zeitlichen Abstand zweier Resonanzen aus. Die Ablesegenauigkeit der Zeitdifferenzen schätzen wir auf 0.0002 Sekunden. Der Frequenzzähler zeigte während der Messung leicht unterschiedliche Werte im Bereich von ± 1 Hz an. Diese Unsicherheit vernachlässigen wir gegenüber der Ablesegenauigkeit der Zeitdifferenzen. Nun tragen wir die Frequenzen über die abgelesenen Zeitdifferenzen in Abb. 6 auf und lesen bei 0.01 s die Resonanzfrequenz der Protonen im Feld des Dauermagneten ab.

$$\nu_{\text{res}} = (4712.31 \pm 0.20) \text{ kHz} \quad (5.3)$$

Der Fehler der Resonanzfrequenz ergibt sich auch der Unsicherheit der Zeitdifferenz und der Steigung der Fit-Kurve im Ablesepunkt. Die Energieaufspaltung und die

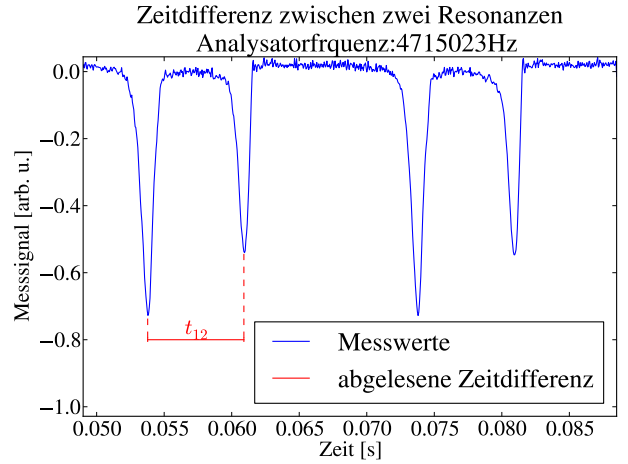


Abb. 5: Für jede Frequenz wird der zeitliche Abstand zweier Resonanzereignisse abgelesen.

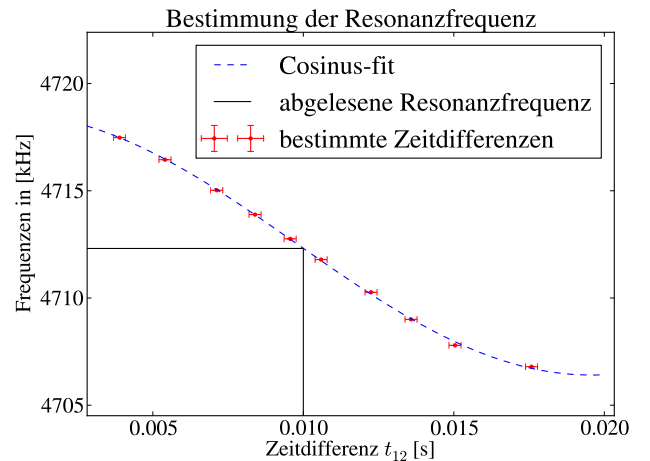


Abb. 6: Abgelesene Zeitdifferenzen sind in Abhängigkeit der Frequenz aufgetragen und besitzen eine Cosinus-Abhängigkeit.

Magnetfeldstärke des Dauermagneten ergeben sich nun zu

$$\Delta E = h\nu_{\text{res}} = 19.488\,54(83) \times 10^{-9} \text{ eV} \quad (5.4)$$

und

$$B_0 = \frac{2\pi\nu_{\text{res}}}{\gamma_p} = 0.110\,676\,1(47) \text{ T} \quad (5.5)$$

5.4 Inbetriebnahme Sample and Hold

Verstärker und Messung von $S2(t, I_{\text{pol}})$

Unser Versuchsaufbau wird nun um den S/H-Verstärker erweitert. Mit dem S/H-Verstärker kann nun die Signalhöhe der Resonanzpeaks $S2(t)$ ausgelesen werden. Im folgendem Versuchsteil soll die Abhängigkeit der Signalhöhe von der Polarisationsstromstärke I_{pol} des Polarisators, also der Polarisierung der Protonen im Wasser untersucht werden. Hierfür nehmen wir das Signal $S2(t)$ über die Zeit von 50 s für Polarisationsströme von 1.3 A bis 2.5 A in 0.2 A-Schritten auf.

Zur Verifikation des Magnetfeldes im Polarisator messen wir mit einer Hall-Sonde das Magnetfeld bei 2.5 A. Die Messung mit der Hallsonde beträgt

$$U_{\text{pol}}(2.5 \text{ A}) = (5.60 \pm 0.05) \text{ mV}, \quad (5.6)$$

wobei sich der Fehler aus der Ablesegenauigkeit der analogen Spannungsanzeige ergibt. Da der Strom und das Feld im Magneten proportional sind, kann jeder eingestellten Stromstärke am Polarisator eine Magnetfeldstärke zugeordnet werden. Der Fehler des eingestellten Stroms am Polarisatormagneten wird mit 2 % Anzeigegenauigkeit abgeschätzt. Um die Linearität des Messsignals in Abhängigkeit vom Magnetfeld zu untersuchen sind die gemessenen Werte in Abbildung 7 abgebildet. Die Werte für die Signalhöhe ergeben sich aus einem linearen Fit an die Messdaten der über die Zeit von 50 s aufgenommenen Messungen für verschiedene Stromstärken.

Mit Abbildung 7 können wir die Linearität des Messsignals $S2$ zur Polarisationsstromstärke I_{pol} sehr gut bestätigen. Die Fehler im B -Feld ergeben sich aus der Ungenauigkeit der Strommessung am Polarisator von 2 % und der Bestimmung des Magnetfeldes mit der Hallsonde. Der Fehler im Messsignal schätzen wir auf

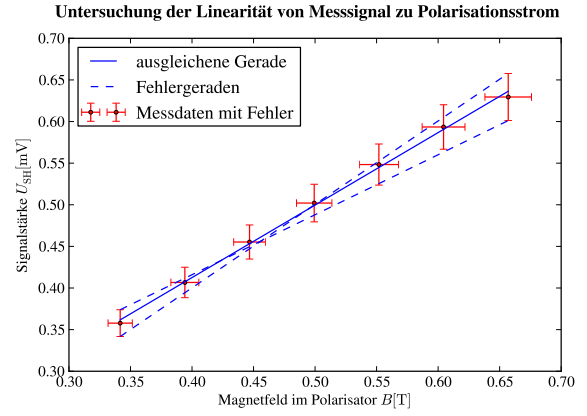


Abb. 7: Signalhöhe $S2$ der Resonanzpeaks in Abhängigkeit der Polarisationsfeldstärke zur Untersuchung der Linearität.

4 %. Durch die Anzahl der Messungen können statistische Schwankungen vernachlässigt werden. Der Fehler resultiert somit nur aus der Ungenauigkeit in der Einstellung der Resonanz, sowie der Phase des S/H-Verstärkers.

5.5 Messung der Spindrehung im Störfeld, $S2(\nu)$

In diesem Aufgabenteil sollen die Spins der Protonen im Störfeld des Raumes manipuliert werden, um damit die Stärke des Störfeldes zu bestimmen. Dazu werden die Protonen, wie im letzten Versuchsteil, im Polarisator polarisiert. Anschließend gelangen sie zur Manipulatorspule, wo der Spin mit Hilfe der passenden Einstahlfrequenz gedreht werden kann. Die Resonanzfrequenz entspricht dabei wieder der Larmor-Frequenz im Störfeld. Für jede Frequenz wird das Signal am Analysator detektiert. Bei der Bestimmung der Resonanzfrequenz stößt man auf folgendes Problem: Am Computer werden gleichzeitig das Signal der Analysators und die Amplitude/Frequenz der Einstrahlspule gespeichert. Dies geschieht, obwohl das Wasser eine gewisse Zeit vom Manipulator zum Analysator benötigt. Man misst also beim Durchfahren von niedrigen zu hohen Frequenzen die Signale am Analysator, die von vergangenen, sprich niedrigeren Frequenzen stammen. Das Maximum des gemessenen Signals scheint zu höheren Frequenzen verschoben zu sein. Um diesen Effekt auszugleichen, messen wir zweimal. Mit ansonsten gleichen Einstellungen messen wir einmal von niedrigen zu hohen und anschließend von hohen zu niedrigen Frequenzen.

In Abb. 8 sind die zwei Resonanzkurven zu sehen, die jeweils von der wahren Resonanzkurve nach links und nach rechts verschoben sind. Zu den Messwerten wur-

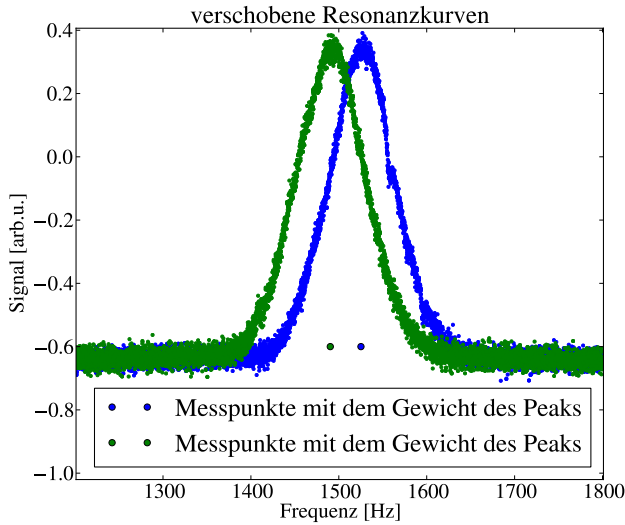


Abb. 8: Resonanzkurven des Up- und Down-sweeps mit verschobenen Schwerpunkten.

den die Schwerpunkte der Peaks berechnet. Sie unterscheiden sich von ihrem Mittelwert $\nu_{\text{res}} = (1507 \pm 1) \text{ Hz}$ um $\pm \Delta\nu = 17 \text{ Hz}$. Aus der Verschiebung lässt sich ableiten, dass das Wasser etwa 3 Sekunden von der Einstrahlspule bis zu Analysator benötigt hat. Eine genauere Berechnung der Wassergeschwindigkeit folgt in ??.

5.6 Messung der Resonanz im Feld der Helmholtzpulen

5.7 Bestimmung der Relaxationszeit von Protonen

Um die Relaxationszeit T_1 von polarisierten Protonen zu bestimmen und die Abhängigkeit von der Wassertemperatur zu untersuchen, verwenden wir den Aufbau wie in Versuchsteil 5.5. Wir untersuchen die Zeit, welche die Protonen benötigen um aus dem Polarisator in den Analysator zu gelangen. Dazu schalten wir zunächst die Pumpe ab und warte circa 20 s bis das Wasser nicht mehr fließt, die Protonen im Polarisator polarisiert und die Protonen im restlichem Teil depolarisiert sind. Anschließend starten wir die Aufzeichnung des Messsignals $S_2(t)$ und kurz danach die Wasserpumpe. Diesen Versuch führen wir bei Pumpspannungen von $U_{\text{pump}} = 6 \text{ V}$

bis 12 V in 1.5 V-Schritten durch. Unter 6 V Pumpspannung führen wir keine Messung mehr durch, da bei so niedriger Pumpleistung die Turbulenz des Wassers im Schlauch nicht mehr gewährleistet ist. Den Wert haben wir gewählt, indem wir unterhalb dieses Wertes gemessen haben und die Kurven nicht mehr dem erwarteten Verlauf zeigen. Zudem führen wir das Experiment bei den Temperaturen von circa 10 °C, 20 °C, 40 °C und 60 °C um die Abhängigkeit der Temperatur zu untersuchen. Die Temperaturwerte sind natürlich nicht exakt und dienen hier der Zuordnung, werden aber in der Auswertung exakt genannt.

Der typische Kurvenverlauf der Messung ist in Abbildung 9 für eine Temperatur von 34.0 °C und einer Pumpspannung von 12 V gezeigt.

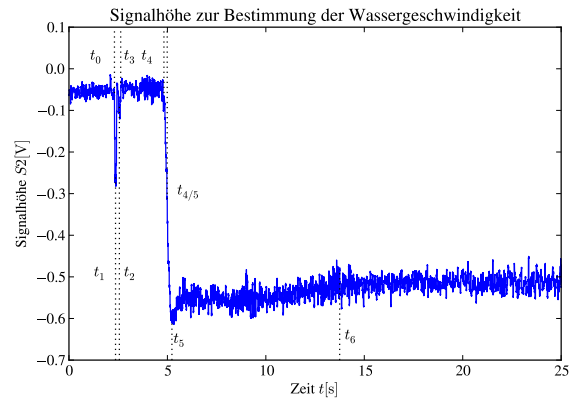


Abb. 9: Verlauf des Messsignals $S_2(t)$ über die Zeit bei $T = 34.0 \text{ °C}$ und einer Pumpspannung von $U_{\text{pump}} = 12 \text{ V}$.

Dem Verlauf kann man entnehmen, dass bei abgeschalteter Pumpe $t < t_1$ nahezu kein Signal aufgenommen wird. Nach Einschalten der Pumpe messen wir zunächst die Protonen die noch durch das Feld des Analysatormagneten polarisiert sind. Da durch den Versuchsaufbau der Wasserschlauch zunächst direkt am Analysatormagneten vorbeiführt und erst dann über eine Kurve in den Analysator gelangt, erkennen wir einen Peak bei t_1 und einen bei t_2 . Der große Peak t_1 kommt von den Protonen die sich noch im Analysator befunden haben und der Kleine bei t_2 von den Protonen die sich zu Beginn neben dem Analysator, jedoch in seinem Feld befunden haben. Nachdem die Protonen aus dem Analysatorfeld gemessen wurden t_3 , messen wir bis t_4 kein Signal. Bei t_4 messen wir die Protonen, die im Polarisator polarisiert wurden. Diese besitzen eine Signalstärke, die an t_5 abgelesen werden kann. Zur Zeit t_5 messen

wir die Protonen aus dem Polarisator. Diese sind am stärksten polarisiert. Nach der Zeit t_6 geht das Signal zurück, da nun die Protonen gemessen werden, die zum ausgeschalteten Zustand der Pumpe noch nicht im Polarisator waren und erst beim durchfließen, also kürzer und somit weniger, polarisiert wurden.

Anhand der Messung kann die Zeit t abgelesen werden, welche die Protonen aus dem Polarisator benötigen um in den Analysator zu gelangen.

$$t_v = t_4 - t_1 \quad (5.7)$$

Aus den Messungen für verschiedenen Pumpspannungen, also Wassergeschwindigkeiten, lesen wir die Zeiten t_v ab und tragen die Signalthöhe $S2(t_5)$ halblogarithmisch auf um die Relaxationszeit bestimmen zu können. Die Kurven für die gemessenen Temperaturen sind in Abbildung 10 gezeigt.

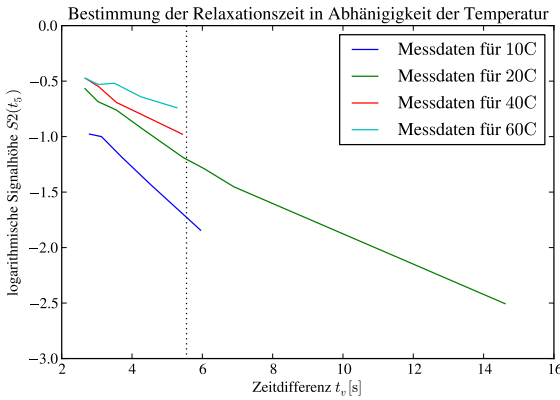


Abb. 10: Halblogarithmische Auftragung der Signalthöhe $S2(t_5)$ über die Zeitdifferenz t_v für verschiedenen Geschwindigkeiten und Temperaturen.

Da die Temperatur im Versuch nicht konstant gehalten konnte, haben wir bei jeder Messung die Temperatur mit einem batteriebetriebenen Thermometer gemessen und für die gemeinsame Auftragung bei verschiedenen Wassergeschwindigkeiten gemittelt. Die Fehler in Abbildung 10 ???. Die Messung ist zudem nur aussagekräftig, wenn Strömungen turbulent sind. Die minimale Fließgeschwindigkeit kann mit einer Reynoldszahl von 3000 bestimmt werden. Bei über $R = 3000$ spricht man von turbulenter und unter $R = 2000$ von laminarer Strömung. Mit folgender Formel aus Radestock [3]

$$R = \frac{2\rho r v}{\eta} \quad (5.8)$$

ergibt sich mit dem Innenradius des Wasserschlauches $r = 2.25 \times 10^{-3}$ m, der Dichte des Wassers $\rho = 998.2 \text{ kg/m}^3$ und seiner Zähigkeit $\eta = 1.002 \times 10^{-3} \frac{\text{Ns}}{\text{m}^2}$ die minimale Flussgeschwindigkeit

$$v_{\min} = 0.6692 \frac{\text{m}}{\text{s}}. \quad (5.9)$$

Die Schlauchlänge haben wir mit einem Maßband gemessen und erhalten folgende Werte

von → bis	Länge
Polaristor → Einstrahlspule	$(168 \pm 2) \text{ cm}$
Einstrahlspule → Analysator	$(146 \pm 2) \text{ cm}$
im Inneren des Analysators	$(46.0 \pm 0.5) \text{ cm}$
Schlauch durch Einstahlspule	$(16.5 \pm 0.5) \text{ cm}$

Tab. 2: Gemessenen Schlauchlängen für verschiedene Teile des Versuchs.

Die Gesamtlänge des Schlauches vom Polarisator bis zur Analysatorspule ergibt sich aus Tabelle 2 zu

$$L_{\text{gesamt}} = (376.5 \pm 5.0) \text{ cm} = (3.765 \pm 0.050) \text{ m} \quad (5.10)$$

Um eine zusätzliche Abschätzung zu bekommen, ab welcher Geschwindigkeit die Strömung laminar wurde, bestimmen wir die minimale Zeit t_{\max} , die das Wasser vom Polarisator bis zum Analysator maximal benötigen darf, damit es die Bedingung (5.9) erfüllt.

$$t_{\max} = \frac{L}{v_{\min}} = 5.55 \text{ s} \quad (5.11)$$

Hier wurde die Länge mit maximalen Fehler $L = (3.765 - 0.050) \text{ m}$ verwendet um einen sicheren Wert für t_{\min} zu erhalten, der folglich fehlerfrei ist. Folglich können wir nur die Messwerte verwenden, für die $t_v > t_{\max}$ gilt.

An die Messdaten aus Abbildung 10 wurden Exponentialfunktionen gefittet und mit Formel ?? die Relaxationszeit T_1 bestimmt. Die erhaltenen Werte sind in Tabelle ?? aufgetragen.

Die Fehler in den Relaxationszeiten erhalten wir aus den Fehlergeraden in Abbildung 10. Vergleich der Relaxationszeiten + warum Zeiten bei höheren Temperaturen größer??

Wassergeschwindigkeit in der Einstrahlspule Im folgendem wird zudem die Wassergeschwindigkeit in der Einstrahlspule bestimmt, da diese für Versuchsteil 5.5

$$\overline{T[C]} \quad \overline{T_1[s]}$$

Tab. 3: Relaxationszeiten für verschiedenen Temperaturen

benötigt wird. Hierfür verwenden wir die Zeit $t = ??$, die das Wasser durch den gesamten Schlauch bei maximaler Pumpleistung und Raumtemperatur benötigt. Der Schlauch besitzt bis zum Schlauchstück der Einstrahlspule nach Tabelle 2 eine Länge von $l_1 = (168 \pm 2)$ cm und ab dem Stück bis zum Analysator eine Länge von $l_3 = (146.0 + 46.0) \pm (3.0)$ cm. In diesen Stücken beträgt der Innendurchmesser $d_1 = 6$ mm [3]. Das Schlauchstück durch die Einstrahlspule beträgt $l_2 = (16.5 \pm 0.5)$ cm mit einem Innendurchmesser von $d_2 = 4$ mm [3]. Die Fehler der Durchmesser werden im Vergleich zum Fehler in der Länge als vernachlässigbar angenommen. Nach der Kontinuitätsgleichung gilt, dass das Verhältnis von durchflossener Fläche zum Verhältnis der Stömungsgeschwindigkeiten invers ist. Es fließt also gleiches Volumen pro Zeit durch einen den Schlauch und es gilt daraus

$$\frac{v_2}{v_1} = \left(\frac{d_1}{d_2} \right)^2. \quad (5.12)$$

Für die Zeit t_v die das Wasser von Polarisator zum Analysator benötigt gilt

$$t_v = \frac{L_1}{v_1} + \frac{L_2}{v_2}. \quad (5.13)$$

Für v_1 verwenden wir die Geschwindigkeit des Wassers unter der Annahme, dass der Schlauchdurchmesser auf der gesamten Länge konstant ist.

$$v_1 = \frac{L_{\text{gesamt}}}{t} ?? \quad (5.14)$$

Durch Einsetzen der einen Gleichung in die andere und Auflösen nach der Geschwindigkeit v_2 im Inneren des Schlauchstücks durch die Einstrahlspule, erhalten wir

$$v_2 = \frac{1}{t_v} \left(L_1 \left(\frac{d_1}{d_2} \right)^2 + L_2 \right) = ?? \quad (5.15)$$

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 solche 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