



Ruhr-Universität Bochum

NMR

Betreuer: Gerhard Reicherz

Versuchstag: 28.03.19

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	3
2. Physikalische Grundlagen	4
2.1. Kernspin	4
2.1.1. Grundlagen	4
2.1.2. Präzession des Kernspins im Magnetfeld	4
2.1.3. Zeemann Effekt	5
2.2. Magnetisierung	6
2.2.1. Relaxationsprozesse	7
2.2.2. Blochgleichungen	7
2.2.3. Pulse und Carr-Purcell-Verfahren	8
2.2.4. Meiboom-Gill-Methode	10
2.2.5. cw-Methode	10
2.3. Chemische Verschiebung	11
3. Versuchsbeschreibung	12
3.1. Aufbau	12
3.2. Durchführung	14
3.2.1. 180° Puls	15
3.2.2. Messung von T_1	16
3.2.3. Messung von T_2	16
3.2.4. Messung der chemischen Verschiebung von verschiedenen Fluorverbindungen	16
4. Auswertung	18
4.1. Messung schweres Mineralöl	18
4.1.1. Spin-Gitter Relaxationszeit T_1	18
4.1.2. Spin-Spin Relaxationszeit T_2	19
4.2. Messung Olivenöl	22
4.2.1. Spin-Gitter Relaxationszeit T_1	22
4.2.2. Spin-Spin Relaxationszeit T_2	23
4.3. Vergleich von CP- und MG-Methode	26
4.4. Bestimmung der chemischen Verschiebung	27
5. Fazit	30
A. Messwerte	31

1. Einleitung

Kerne in einem konstanten Magnetfeld erfahren eine Magnetisierung M . Auf diesem Effekt basiert die hier untersuchte Kernspinresonanz, kurz: NMR für Nuclear Magnetic Resonance, bei der die magnetisierten Kerne elektromagnetische Wechselfelder absorbieren und emittieren. Grundlage hierfür ist der Kernspin \vec{I} , welcher mit dem magnetischen Moment $\vec{\mu}_I$ des Kerns in Verbindung steht. Dieses richtet sich entlang eines äußeren Magnetfelds aus.

Wird der Kernspin und damit die Magnetisierung jedoch aus dieser bevorzugten Lage ausgelenkt, ist das System bestrebt wieder in diese zurückzukehren. Abhängig vom untersuchten Kern und der Auslenkung gibt es hierbei charakteristische Zeiten, welche in diesem Versuch bestimmt werden sollen.

Ebenfalls wird die chemische Verschiebung einiger Stoffe bestimmt um die darin enthaltenen Moleküle zu erkennen.

In diesem Versuch wird dazu die gepulste NMR-Methode verwendet.

Die Kernspinresonanz findet im medizinischen Bereich bei der bildgebende Diagnostik Anwendung, da sich beispielsweise die T_2 -Zeiten von Tumorgewebe von der von normalen Gewebe unterscheidet.

2. Physikalische Grundlagen

2.1. Kernspin

2.1.1. Grundlagen

Der Spin \vec{I} (Eigendrehimpuls) von Kernen ist ein quantenmechanischer Effekt und lässt sich klassisch nicht sauber erklären. In der Quantenmechanik wird dieser analog zu einem Bahndrehimpuls und durch zwei charakteristische Kennzahlen beschrieben. Zum Einen der Drehimpulsquantenzahl j und der Magnetquantenzahl m_j . Die magnetische Quantenzahl beschreibt den Anteil der gesamten Länge des Drehimpulses j entlang einer bestimmten Achse, welche zumeist durch die Umgebung vorgegeben ist. Daher kann m_j Werte zwischen $-j$ und j annehmen. Beide Kennzahlen sind durch Eigenwerte des Drehimpulsoperators \hat{J}^2 auf den Zustand des Teilchens gegeben und sind quantisierte Größen:

$$\hat{J}^2 |j, m_j\rangle = j(j+1)\hbar^2 |j, m_j\rangle \quad (1)$$

$$\hat{J}_z |j, m_j\rangle = m_j\hbar |j, m_j\rangle \quad (2)$$

Insbesondere ist die exakte Ausrichtung des Spins unbekannt, lediglich sein Betrag und der Anteil in eine von drei Raumrichtungen ist bekannt.

Jedes geladene Teilchen mit einer Ladung und einem Drehimpuls stellt auch einen magnetischen Dipol μ dar. Diese Eigenschaft besitzen aber auch elektrisch neutrale Teilchen wie das Neutron, dies liegt daran, dass die Summe der magnetischen Momente der im Neutron enthaltenen Quarks nicht null ergeben. Das magnetische Moment $\vec{\mu}_I$ des Kerns ist proportional zum Spin desselben:

$$\vec{\mu}_I = -g_I \frac{\mu_N}{\hbar} \vec{I} \quad (3)$$

$$\vec{\mu}_I = \gamma \vec{I} \quad (4)$$

Hierbei ist das Kernmagneton $\mu_N = 5,050 \cdot 10^{-27} \frac{J}{T}$. g_i wird als Kern-Landé Faktor bezeichnet. γ wird als das gyromagnetische Verhältnis bezeichnet und wird durch den untersuchten Kern charakterisiert.

2.1.2. Präzession des Kernspins im Magnetfeld

In einem Magnetfeld wirkt auf das Teilchen nun ein Drehmoment \vec{T} , das den Dipol zur Feldrichtung parallel zu stellen strebt. Hierbei gilt:

$$\vec{T} = \vec{\mu} \times \vec{B} \quad (5)$$

Analog zu einem klassischen Kreisel lässt sich die Bewegung des Drehimpulses (das heißt des magnetischen Momentes) mit der Bewegungsgleichung $\dot{\vec{L}} = \vec{T}$ bestimmen. Die Bewegung des Drehimpulses ist in Abb. 1 dargestellt.

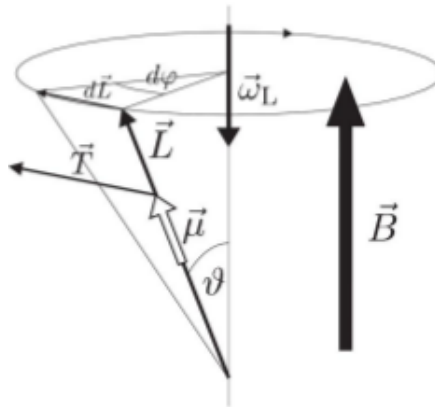


Abbildung 1: Präzession des Kernmoments (entnommen aus *pNMR Versuchsanleitung V306 (Version 1.3)*)

Aus Abb. 1 lässt sich ableiten:

$$dL = L \sin(\vartheta) d\varphi \quad (6)$$

$$|\vec{T}| = |\dot{\vec{L}}| = L \sin(\vartheta) \frac{d\varphi}{dt} \quad (7)$$

Für 5 folgt aus der gewählten Bezeichnung in Abb. 1:

$$\dot{\vec{L}} = \vec{T} = \vec{\mu} \times \vec{B} \quad (8)$$

$$\Rightarrow |\vec{T}| = |\vec{\mu}| |\vec{B}| \cdot \sin(\vartheta) \quad (9)$$

Und aus dem Vergleich von 9 mit 7 folgt die Präzession des Drehimpulses mit der so genannten Larmorfrequenz $\frac{d\varphi}{dt} = \omega_L$:

$$|\vec{\mu}| |\vec{B}| = L \frac{d\varphi}{dt} \quad (10)$$

$$\Rightarrow \omega_L = \frac{d\varphi}{dt} = g_I \frac{|\vec{\mu}_N|}{\hbar} \cdot |\vec{B}| = \gamma |\vec{B}| \quad (11)$$

Darüber hinaus lässt sich dem magnetischen Dipol im Magnetfeld noch eine potentielle Energie zuordnen:

$$E = -\vec{\mu} \cdot \vec{B} \quad (12)$$

2.1.3. Zeemann Effekt

Werden Kerne mit einer Magnetquantenzahl, welche nicht null ist, dass heißt ihr Gesamtspin koppelt nicht zu null, in ein äußeres Magnetfeld eingebracht, spaltet sich deren Linienspektrum auf. Das bedeutet, dass aus vormalig nur einem Energieniveau nun mehrere geworden sind. Dieses Phänomen wird als Zeemann Effekt bezeichnet.

Erklärt werden kann dies dadurch, dass sich die magnetischen Momente der

Kerne entlang des Magnetfeldes ausrichten. Manche Kerne tun dies antiparallel, andere richten sich parallel aus. Die daraus erfolgte Verschiebung des Energieniveaus zur Ausgangslage kann anhand von 12 abgeleitet werden.

In diesem Versuch werden Protonen (Wasserstoffkerne) und Fluorkerne untersucht. Beide Kerne besitzen dabei einen Spin von $\frac{1}{2}$. Für die Magnetquantenzahl ergeben sich daher als mögliche Werte $m_j = \pm\frac{1}{2}$. Es kann also beim Zeemann-Effekt für diese Kerne eine Aufspaltung in zwei Energieniveaus beobachtet werden.

Die Differenz zwischen den beiden aufgespaltenen Energieniveaus lässt sich wie folgt berechnen:

$$\Delta E = \hbar\omega_L = \gamma\hbar B \quad (13)$$

2.2. Magnetisierung

Aufgrund der Ausrichtung der magnetischen Momente der Kerne, man spricht von einer Magnetisierung \vec{M} , entlang eines äußeren Magnetfelds, unterscheidet sich die magnetische Flussdichte im Vakuum \vec{H} von der in einem Material \vec{B} :

$$\vec{B} = \vec{H} + \mu_0\vec{M} \quad (14)$$

Da in diesem Versuch Kerne mit zwei möglichen Werten für die Magnetquantenzahl untersucht werden, beziehen sich die nachfolgenden Rechnungen auf ein Zwei-Niveau-System. Die Magnetisierung entsteht dadurch, dass die nach dem Zeemann-Effekt aufgespaltenen Zustände nicht gleichmäßig besetzt werden, sondern die energetisch günstigeren mit einer parallelen Ausrichtung zum äußeren Magnetfeld häufiger als die mit einer antiparallelen. Der Quotient aus den Besetzungszahlen $\frac{N_2}{N_1}$ ist dabei nach der Boltzmannverteilung in Abhängigkeit der Differenz der Energien zwischen diesen Niveaus ΔE und der Temperatur T gegeben:

$$\frac{N_2}{N_1} = \exp \frac{\Delta E}{k_B T} \quad (15)$$

Diese Ungleichverteilung ergibt dann die Magnetisierung in der z-Achse:

$$M_z = (N_1 - N_2)\mu \quad (16)$$

Für Kerne mit dem magnetischen Moment μ ist die Magnetisierung pro Volumeneinheit durch

$$M_0 \approx \frac{\mu^2 B}{kT} \quad (17)$$

gegeben.

Diese maximal mögliche Magnetisierung stellt sich jedoch bei Einschalten des äußeren Magnetfeldes nicht instantan ein, sondern es benötigt eine gewisse Zeit um die Kernspins aus ihrer ungeordneten Ausgangslage auszurichten. Für die

meisten Stoffe ist dies eine exponentielle Annäherung. Entscheidend für die Dauer dieser Ausrichtung ist die Fähigkeit des Materials die potentielle Energie der Kerne bei nicht-paralleler Ausrichtung zum äußeren Magnetfeld (siehe 12) an das umgebende Gitter abzugeben. Deshalb wird die maßgebende Zeit für diesen Prozess auch als Spin-Gitter-Relaxationszeit T_1 bezeichnet.

2.2.1. Relaxationsprozesse

T_1 beschreibt die so genannte longitudinale Relaxation, das heißt es findet ein Energieübertrag vom Kern an das umgebene Gitter statt. Bildlich gesprochen bedeutet dies, dass sich der Anteil zur z-Achse der Spins verändert. Bei der longitudinalen Relaxation gibt es zu keinem Zeitpunkt eine Magnetisierung in der x-y-Ebene, die Spins "wandern" nicht gemeinsam von einer antiparallelen Ausrichtung zu einer parallelen sondern klappen aufgrund von stochastischen Stoßprozessen plötzlich um.

Neben dieser longitudinalen Relaxation gibt es noch die transversale Relaxation, welche zu beobachten ist, wenn die Spins in der Ebene senkrecht zur z-Achse liegen. Bei dieser geraten die Spins außer Phase und die Magnetisierung, welche sich als Summe aller magnetischen Momente des Materials ergibt wird ebenfalls kleiner, da die Spins nicht mehr in dieselbe Richtung zeigen und anfangen sich destruktiv zu überlagern. Das aus der Phase laufen der Spins liegt an Inhomogenitäten des Magnetfeldes, welche zu geringfügigen Unterschieden in der Larmorfrequenz führen. Die Inhomogenitäten sind zum Einen darin begründet, dass jeder Kern selbst ein kleiner Magnet ist und mit diesem seine Nachbarkerne beeinflusst und es somit aus einer gegebenen Verteilung von Kernen auch eine Variation im lokalen Magnetfeld am Ort der Kerne gibt. Zum Anderen ist der äußere Magnet nicht perfekt und weist Inhomogenitäten auf. (vgl. Teachspin, 0004–0009)

Befinden sich die Spins in der x-y-Ebene finden beide Prozesse parallel statt und die Abnahme der Magnetisierung in dieser Ebene wird über die Zeit T_2 charakterisiert. Da die longitudinale Relaxation auch zur Abnahme von der Magnetisierung in der x-y-Ebene beiträgt, man spricht auch von T_1 in T_2 , ist T_2 nie größer als T_1 (vgl. *Relaxationsprozesse in der NMR-Spektroskopie*).

2.2.2. Blochgleichungen

Bloch beschreibt das relaxieren der Magnetisierung in Differentialgleichungen für die drei Raumachsen.:

$$\dot{M}_z(t) = \frac{M_0 - M_z(t)}{T_1} \quad (18)$$

$$\dot{M}_y(t) = -\frac{M_y(t)}{T_2} \quad (19)$$

$$\dot{M}_x(t) = -\frac{M_x(t)}{T_2} \quad (20)$$

Lösen von 18 mit $M_z(t = 0) = C$ führt zu:

$$M_z(t) = (C - M_0) \exp -\frac{t}{T_1} + M_0 \quad (21)$$

Zu einem späteren Zeitpunkt wird es notwendig den Zusammenhang zwischen einer Zeit τ_0 , bei der die Magnetisierung beim relaxieren den Wert 0 erreicht und T_1 zu kennen. Dieser wird im folgenden hergeleitet:

Hierbei wird vorausgesetzt, dass die Anfangsmagnetisierung C gerade $-M_0$ entspricht, setzt man dies und $M_z(t = \tau_0) = 0$ ein, so erhält man:

$$M_z(\tau_0) = 0 = (-M_0 - M_0) \exp -\frac{\tau_0}{T_1} + M_0 \quad (22)$$

$$\Leftrightarrow 1 = 2 \exp -\frac{\tau_0}{T_1} \quad (23)$$

$$\Leftrightarrow T_1 = \frac{\tau_0}{\ln(2)} \quad (24)$$

Betrachtet man nun die Gleichungen 4 und 8 so erhält man:

$$\dot{\vec{\mu}} = \gamma(\vec{\mu} \times \vec{B}) \quad (25)$$

Und da die Magnetisierung lediglich die Summe der magnetischen Momente im Material ist folgt für dieses:

$$\dot{\vec{M}} = \gamma(\vec{M} \times \vec{B}) \quad (26)$$

2.2.3. Pulse und Carr-Purcell-Verfahren

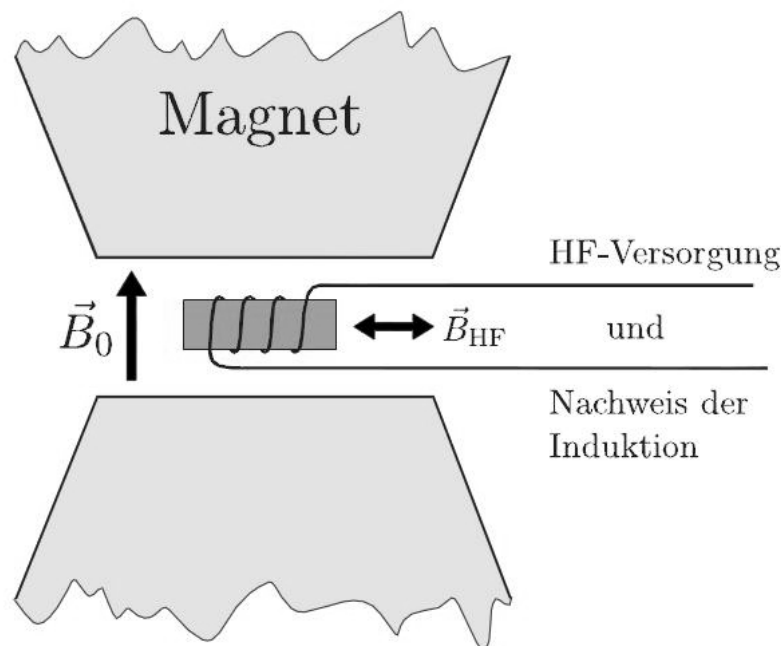


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Kernstücks dieses Versuchs (entnommen aus *pNMR Versuchsanleitung V306 (Version 1.3)*)

Um die Magnetisierung aus der Ruhelage (parallel zur z-Achse) in die x-y-Ebene zu verlagern, kann kurzzeitig ein zusätzliches mit der Larmorfrequenz alternierendes Magnetfeld B_{HF} durch eine Spule eingestrahlt werden (siehe Abb. 2). Dies "kippt" dann die Spins aus der parallelen z-Ausrichtung in die x-y-Ebene. Ein solcher Puls wird als 90° -Puls bezeichnet. Ein in etwa doppelter so langer Puls wird als 180° bezeichnet und kippt wie der Name schon sagt die Spins um 180° .

Befinden sich die Spins und damit die magnetischen Momente in der x-y-Ebene fangen diese, aufgrund von 5 an in dieser Ebene mit der Larmorfrequenz zu rotieren. Das dabei entstehende Hochfrequenzsignal lässt sich dann außerhalb des Materials messen und wird als FID (free induction decay) bezeichnet.

Misst man nun die exponentielle Abnahme dieses Signals misst man beide Effekte (Varianz im lokalen Feld und Inhomogenität des äußeren Magnetfelds) gleichzeitig. Dies ist jedoch nicht gewollt, sondern das Ziel ist lediglich den Effekt der Varianzen im lokalen Feld zu messen.

Deshalb wird nicht nur ein 90° -Puls eingestrahlt, sondern nach einer Zeit τ noch ein 180° -Puls. 2τ nach dem ersten Puls erfolgt ein Echo-Signal, welches nicht mehr ganz so hoch wie der FID ist, dies lässt sich wie folgt erklären:

Liegen die magnetischen Momente in der x-y-Ebene laufen diese aufgrund der geringfügig unterschiedlichen Larmorfrequenz auseinander, nach dem 180° -Puls laufen diese spiegelverkehrt wieder zusammen und ergeben wieder die rotierende Ausgangsmagnetisierung in der x-y-Ebene, dies verursacht das Echo-Signal. Jedoch ist das Echo-Signal nicht ganz so groß wie die Ausgangsmagnetisierung, dies liegt daran, dass das aus der Phase laufen durch Inhomogenitäten des äußeren Magneten reversibel sind und das aus der Phase laufen durch die Abweichungen im lokalen Feld nicht reversibel sind. Dies lässt sich damit erklären dass die Inhomogenitäten des äußeren Magnetfeldes im Vergleich zu den Abweichungen im lokalen Feld zeitlich konstant sind.

Strahlt man nun viele der 180° -Pulse nach dem ersten 90° -Puls ein, lässt sich eine exponentielle Abnahme des Echo-Signals feststellen, welche nicht durch Inhomogenitäten des äußeren Magnetfelds zustande kommt.

Abb. 3 und 4 verdeutlichen dieses Verfahren, welches als **Carr-Purcell-Verfahren** bezeichnet wird.

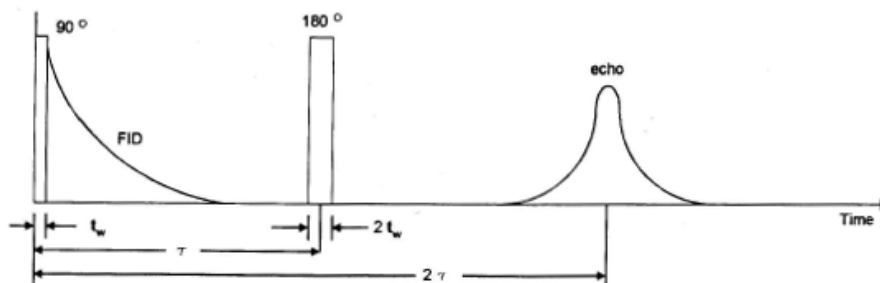


Abbildung 3: Ein 90° -Puls mit einem anschließenden 180° -Puls und Echo (entnommen aus *pNMR Versuchsanleitung V306 (Version 1.3)*)

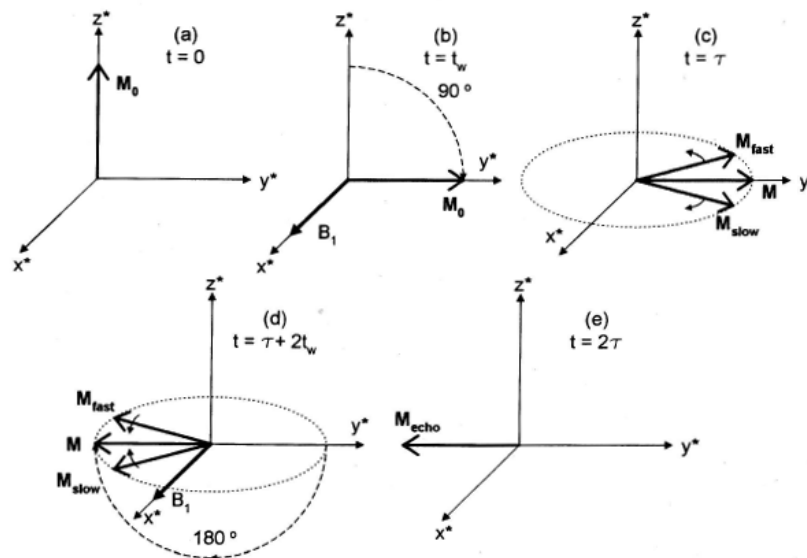


Abbildung 4: Ausrichtung der magnetischen Momente nach verschiedenen Pulsen in einem mit der Larmorfrequenz rotierenden Koordinatensystem (entnommen aus *pNMR Versuchsanleitung V306*(Version 1.3))

- a) Magnetisierung im thermischen Gleichgewicht
- b) Magnetisierung wurde nach dem 90° in die y -Achse gedreht.
- c) Die Magnetisierung in der x - y -Ebene nimmt ab, da manche Spins M_{fast} schneller als andere M_{slow} präzedieren
- d) Die Spins werden um 180° um die x -Achse gedreht
- e) Die Spins sind nach 2τ wieder zusammengelaufen und verursachen das Echo-Signal

2.2.4. Meiboom-Gill-Methode

Das Problem bei dem Carr-Purcell-Verfahren ist jedoch, dass es nahezu unmöglich ist einen exakt 180° -Puls zu erzeugen. Meiboom und Gill lösten dieses Problem indem nach jedem Puls ein solcher Puls eingestrahlt wird, dass die Spins um 90° um die z -Achse gedreht werden. Dies sorgt dafür dass sich der Fehler durch den nicht exakten 180° -Puls sich nicht aufsummiert sondern sich gegenseitig auslöscht.

2.2.5. cw-Methode

Bei der cw-Methode werden nicht gepulste Magnetfelder eingestrahlt sondern konstant ein rotierendes Magnetfeld, parallel dazu wird dann die durch die Präzession der magnetischen Momente induzierte Spannung gemessen. Um das System in Resonanz zu bringen kann entweder die magnetische Feldstärke konstant gehalten werden und die Frequenz des äußeren Feldes variiert werden

(frequency sweep) oder die Frequenz konstant gehalten und die Feldstärke variiert werden (feld sweep). Die cw-Methode bietet einige Nachteile gegenüber dem gepulsten Verfahren, insbesondere ein schlechteres Signal-Rausch-Verhältnis und lange Messzeiten, weshalb in diesem Versuch ausschließlich mit dem gepulsten Verfahren gearbeitet wird. Der Vorteil der cw-Methode ist jedoch, dass ein Großteil der Polarisation beibehalten werden kann.

2.3. Chemische Verschiebung

Aufgrund der Elektronenwolken um die Moleküle werden die darin enthaltenen Atome teilweise vom äußeren Magnetfeld abgeschirmt, was zu einer Veränderung der Larmorfrequenz dieser Kerne führt. Dieser Effekt wird als chemische Verschiebung bezeichnet und lässt sich wie folgt quantisieren:

$$\delta = \frac{f_{\text{Probe}} - f_{\text{Referenz}}}{f_{\text{Referenz}}} \quad (27)$$

Die chemische Verschiebung ist eine charakteristische Größe für verschiedene Stoffe, deshalb lassen sich über die Bestimmung dieser die in der Probe enthaltenen Stoffe identifizieren.

3. Versuchsbeschreibung

3.1. Aufbau

Der Versuchsaufbau besteht im wesentlichen aus 3 Komponenten, wie in Abb. 5 zu erkennen ist: dem eigentlichen Versuch (links im Bild), dem PS2-Controller (oben rechts im Bild) und dem sogenannten Mainframe (unten rechts im Bild). Im Abb. 5 fehlt noch das Oszilloskop mit dem das verstärkte Signal gemessen wird.

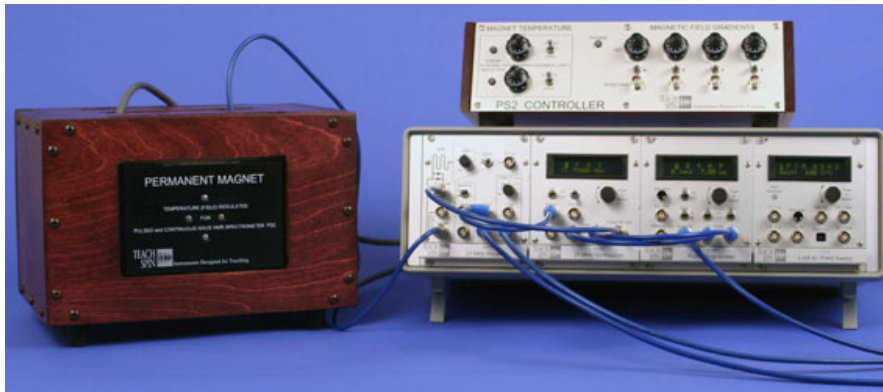


Abbildung 5: Versuchsaufbau (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)

In der Kiste links in der Abbildung, welche den eigentlichen Versuch beinhaltet befinden sich folgende Komponenten:

- der 0,5 T Permanentmagnet, dessen Magnetfeld die z-Achse definiert und die magnetischen Momente im thermischen Gleichgewicht ausrichtet
- die zu untersuchende Probe
- eine Spule welche das gepulste magnetische Wechselfeld senkrecht zur z-Achse erzeugt und anschließend die Reaktion der Spins durch Induktion misst
- weitere Spulen, welche die Homogenität des durch den Permanentmagneten erzeugten Magnetfeldes entlang der x, y, z, z^2 -Achsen weiter verbessern
- Kondensatoren, welche mit der Spule einen Schwingkreis bilden und regelbar sind

Mit dem PS2-Controller werden die Spulen zur Verbesserung der Homogenität des Magnetfeldes eingestellt und die Temperaturregulierung des Permanentmagneten. Die Temperaturregulierung ist notwendig, da das Magnetfeld des Permanentmagneten stark temperaturabhängig ist.

Das Mainframe enthält die Spannungsversorgung und die Elektronik zur Pulserzeugung und Signalverarbeitung:

- Receiver: Die Hauptaufgabe des Receivers ist es, das Signal aus der Spule so zu verstärken, dass es für das Oszilloskop messbar ist. In Abb. 6 ist der Schaltplan des Receivers zu sehen.

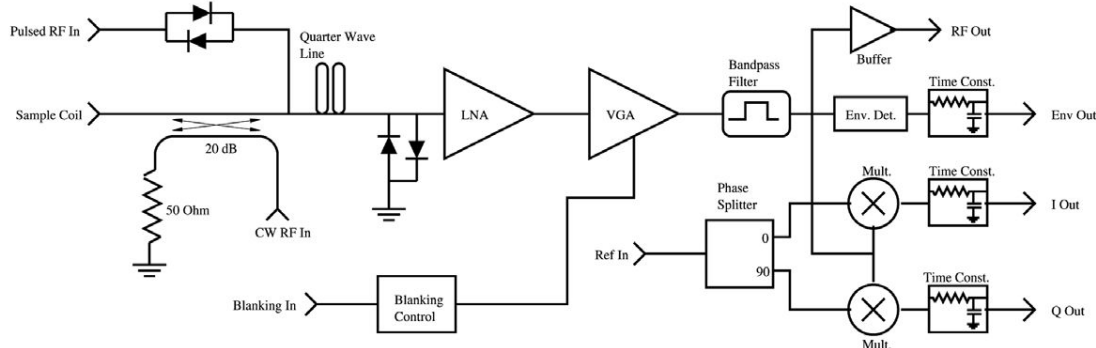


Abbildung 6: Schaltplan der Signal verarbeitenden Elektronik (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)

Das Herzstück des Receivers bilden zwei Verstärker: Zum Einen den nicht verstellbaren LNA (Low Noise Amplifier), welcher das Signal mit 20dB verstärkt und zum Anderen den VGA (Variable Gain Amplifier), welcher in seiner Verstärkung variabel eingestellt werden kann. Hinter diesen beiden Verstärkern, befindet sich ein Bandpassfilter, welcher entweder auf die Resonanzfrequenz der Fluorkerne (Einstellung f) oder auf die der Protonen (Einstellung p) eingestellt werden kann. Der Receiver bietet verschieden Ausgänge:

- RF Out: An dem Ausgang RF Out kann das gepufferte Signal entnommen werden.
- Env Out: Der vor diesen Ausgang geschaltete envelope detector ist ein Brückengleichrichter, das heißt er gibt den Betrag seines Eingangssignals aus. Am Ausgang selbst kann nun die Einhüllende des Signals mit ausschließlich positiven Spannungen abgegriffen werden.
- I Out: An diesem Ausgang liegt die Multiplikation des Signals nach dem Bandpassfilter und dem Signal am Eingang Ref In vor.
- Q Out: An diesem Ausgang liegt die Multiplikation des Signals nach dem Bandpassfilter und dem um 90° verschobenen Signal am Eingang Ref In vor.

Für die Messungen wird insbesondere mit dem Signal am Env Out Ausgang gearbeitet.

Die beiden entgegengesetzt geschalteten Diodenpaare dienen dazu, die Verstärker vor dem im Vergleich zum messenden Signal hochspannenden Puls zu schützen. Für große Spannungen sind diese durchlässig und für kleine Spannungen wie das von der Probe induzierte Signal undurchlässig. Dies macht ein Messen des Signals direkt nach dem Puls möglich, da

keine Zeit vergehen muss um auf das Abklingen des Pulses zu warten oder die Verbindung zwischen Spule und Pulserzeugung zu trennen.

- Synthesizer: Der Synthesizer erzeugt die Radiofrequenz welche in Pulsen eingestrahlt wird. Die Frequenz wird mit F bezeichnet und liegt für die hier untersuchten Wasserstoffkerne und Fluorkerne bei ca 21MHz .
- Pulse Programmer: Mithilfe des Pulse Programmers werden die Eigenschaften der eingestrahlt Pulses eingestellt: Dabei stehen die Parameter A und B für die Dauer des ersten Pulses(A) und der darauffolgenden(B). N bestimmt dabei wie viele Pulse mit der Länge B nach dem ersten Puls eingestrahlt werden, τ gibt dann die Dauer zwischen zwei Pulsen an und P bezeichnet die Zeit welchen zwischen den Pulssequenzen vergeht. Darüber hinaus wird auch das als eigentliches Messgerät dienende Oszilloskop getriggert.

In der nachfolgenden Abb. 7 ist noch die Definition der Achsen und die Orientierung der Spule zum Permanentmagneten dargestellt. Bei der Messung selbst befindet sich noch in der Spule die zu untersuchende Probe.

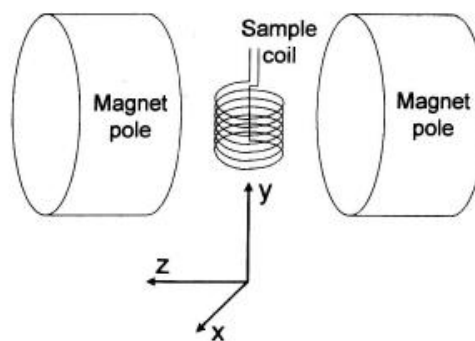


Abbildung 7: Orientierung der Spule zum Permanentmagneten (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)

3.2. Durchführung

Zuallererst wird der Aufbau auf die Radiofrequenz von Protonen optimiert, welche in etwa bei $21,6\text{MHz}$ liegt. Dazu wird anstelle der Probe eine sogenannte Pickup-Probe in den Versuch eingebracht. Diese besteht aus einer zwei windigen Spule, welche an das Oszilloskop angeschlossen ist. Die Pickup-Probe ist in Abb. 8 dargestellt.

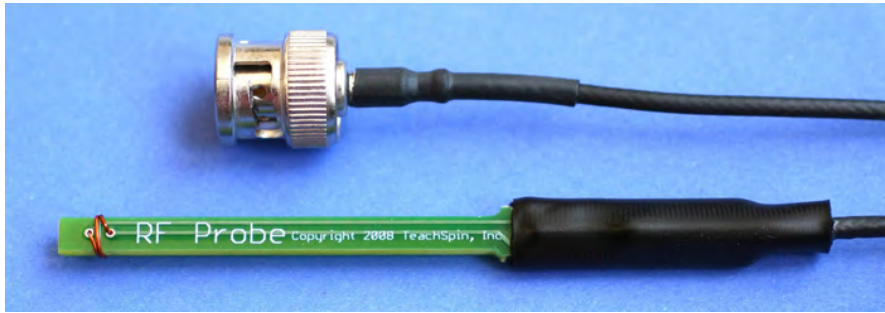


Abbildung 8: Pickup-Probe (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)

An die Pickup-Probe wird noch ein Gummiring angebracht der dafür sorgt, dass die Probe sich genau mittig in der Spule im Versuchsaufbau befindet. Dieser sollte sich 39mm vom unteren Rand entfernt befinden. Nun können Pulse mit 21,6MHz eingestrahlt werden und das Signal der Pickup-Spule am Oszilloskop beobachtet werden. Ziel dabei ist dieses Signal durch Verstellen der Kondensatoren zu maximieren. Dabei ist ein keramischer Schraubenzieher zu verwenden, da ein magnetischer den Versuchsaufbau beschädigen könnte. Ist das Signal maximal, bedeutet dies dass die Spule im Versuch und die Kondensatoren einen Schwingkreis bilden, dessen Resonanzfrequenz der Frequenz des eingestrahlten Signals entspricht, also in etwa der Larmorfrequenz von Protonen. Dafür wurden am Pulse Programmer folgende Einstellungen vorgenommen: $A = 2,5\mu s$, die Periode liegt bei 100ms und N bei 0. Das Signal kann noch weiter maximiert werden, indem die zusätzlichen Spulen im Versuchsaufbau justiert werden, dies führt zu einer besseren Homogenität des Magnetfeldes.

3.2.1. 180° Puls

Die Pickup-Probe wird mit einer Probe des zu untersuchenden Stoffes ausgetauscht. Ist die Länge für einen 180° Puls bekannt, so ist auch die Länge des zugehörigen 90° Puls bekannt, diese entspricht der Hälfte der Länge des 180° Pulses.

Bei einem 180° Puls wird die Magnetisierung von einer +z Ausrichtung in eine -z Ausrichtung gekippt, da es dabei keine Magnetisierung in der x-y-Ebene gibt, präzedieren die magnetischen Momente auch nicht in dieser, was dazu führt, dass kein FID induziert wird, dass heißt es ist kein Signal messbar.

Um dieses zu erreichen werden sukzessive die Pulslänge A , die Frequenz F und die Kondensatorbank des Schwingkreises justiert bis das gemessene Signal fast vollständig verschwunden ist. Das Signal wird jedoch nie ganz verschwinden, da nach dem Puls der Schwingkreis noch weiter schwingt und damit ein Signal erzeugt. Dieser Effekt wird als ring-down bezeichnet. Alternativ dazu könnte auch das Signal maximiert werden und daraus die Länge für einen 90° Puls abgeleitet werden, dies ist jedoch schwieriger als ein Signal zu minimieren.

3.2.2. Messung von T_1

Nachdem die Justierungen abgeschlossen sind, wird das System zunächst durch einen 180° Puls angeregt, das heißt die Magnetisierung wechselt von einer $+z$ Ausrichtung zu einer $-z$ Ausrichtung. Bei einer Magnetisierung in z -Richtung lässt sich kein FID messen, da bei dieser die magnetischen Momente nicht in der x - y -Ebene rotieren. Deshalb wird nach einer Zeit τ ein 90° Puls eingestrahlt, welcher ein FID erzeugt, dessen Amplitude gemessen wird. Diese Amplitude ist nun proportional zu der betragsmäßigen Magnetisierung in z -Richtung. Diese Magnetisierung ist zu Beginn maximal in $-z$ Richtung und wird immer weniger, ist dann null, und wird immer größer in $+z$ Richtung bis das System wieder das thermische Gleichgewicht erreicht hat. Diese FID-Amplitude wird nun für verschiedenen τ gemessen.

Ist die Magnetisierung in z -Richtung null, bedeutet dies genau die Hälfte der Kerne sind relaxiert. Die Zeit die zwischen dem ersten Puls und diesem Ereignis vergangen ist wird mit τ_0 bezeichnet. Über Gleichung 24 lässt sich dann eine Abschätzung für T_1 machen. Wichtig ist, dass der zeitliche Abstand P zwischen zwei Messungen mindestens das zehnfache von τ_0 beträgt, damit nahezu alle Kerne wieder relaxiert sind und man in sehr guter Näherung annehmen kann, dass sich das System vor einer Messung im thermischen Gleichgewicht befindet.

3.2.3. Messung von T_2

Nun wird zuerst ein 90° und dann ein 180° Puls eingestrahlt und T_2 durch drei verschiedene Verfahren bestimmt:

- Spin-Echo-Methode, bei diesem wird τ variiert und dann die Amplitude des Echos bestimmt
- Carr-Purcell-Verfahren, siehe oben, festes τ aber viele 180° nach dem ersten Puls
- Meiboom-Gill-Methode, siehe oben, für diese Messung wird der (MG-Schalter auf on gestellt)

3.2.4. Messung der chemischen Verschiebung von verschiedenen Fluorverbindungen

Zunächst wird für die Frequenz der Pulse die Larmorfrequenz von Fluor eingestellt, welche bei ca. $20,3\text{ MHz}$ liegt und der Bandpass-Schalter auf f gestellt. Anschließend wird mit der Pickup-Probe erneut der Versuchsaufbau optimiert und die Fluorprobe eingebracht, auch hier wird wieder zuerst ein 180° Puls erzeugt mit dem zunächst der Versuchsaufbau weiter optimiert wird.

Anschließend wird ein nur noch halb so langer Puls, also ein 90° Puls eingestrahlt und das FID-Signal am Oszilloskop untersucht. Dazu führt das Oszilloskop eine FFT (Fast Fourier Transformation) dieses Signals durch und die Frequenzen zu den Peaks werden notiert. Die unterschiedlichen Peaks sind zwar dasselbe Fluor-Isotop, aber an verschiedenen Orten im Molekül, das heißt diese werden

unterschiedlich durch Elektronenwolken vom äußeren Magnetfeld abgeschirmt. Hierbei ist zu beachten, dass die gemessenen Frequenzen die Differenz zwischen der eingestrahlten Frequenz und der tatsächlichen Frequenz sind.

4. Auswertung

Alle Fits der Messwerte an eine Funktion wurden mit Hilfe des Programms Origin erstellt und geplottet.

4.1. Messung schweres Mineralöl

4.1.1. Spin-Gitter Relaxationszeit T_1

Bei der Messung von T_1 wurden folgende Einstellungen verwendet:

A_{len} in μs	B_{len} in μs	F in MHz	P in s
7.82	-	21.57647	1

Die Zeit T_1 lässt sich zunächst über die Zeit τ_0 , bei der das Signal ihr Minimum erreicht, abschätzen. Es ergibt sich für T_1 mit $\tau_0 = 24.6 \text{ ms}$:

$$T_{1_{Abs}} = \frac{\tau_0}{\ln(2)} \approx 35.5 \text{ ms} \quad (28)$$

Zur genaueren Bestimmung von T_1 wird die Amplitude gegen die Zeit τ aufgetragen und folgende Funktion an die Daten angefitet:

$$U(\tau) = |U_0 + U_A(1 - 2e^{-\frac{\tau}{T_1}})| \quad (29)$$

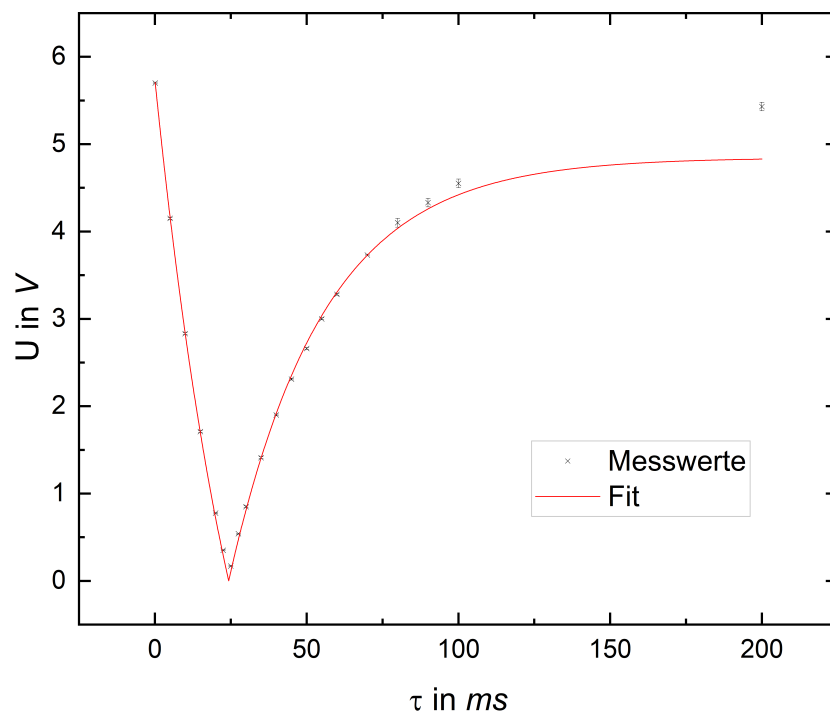


Abbildung 9: U in Abhängigkeit von τ

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

U_0 in V	-0.45 ± 0.06
U_A in V	5.29 ± 0.04
T_1 in ms	31.1 ± 0.6
red. χ^2	51.38

Somit erhält man :

$T_{1_{Abs}}$ in ms	$T_{1_{Mess}}$ in ms	$T_{1_{Lit}}$ in ms
35.5	31.8 ± 0.6	36.0

Der gemessene Wert von T_1 stimmt nicht mit der Abschätzung und dem Literaturwert überein. Möglicher Grund für diese Abweichung könnte eine nicht ausreichende Übereinstimmung der Resonanzfrequenz des Schwingkreises mit der Larmorfrequenz der Kerne sein. Zudem ist der Literaturwert nicht aktuell, weshalb dieser nur bedingt als Vergleich verwendet werden kann. Das große red. χ^2 deutet zudem auf eine schlechte Anpassung hin.

4.1.2. Spin-Spin Relaxationszeit T_2

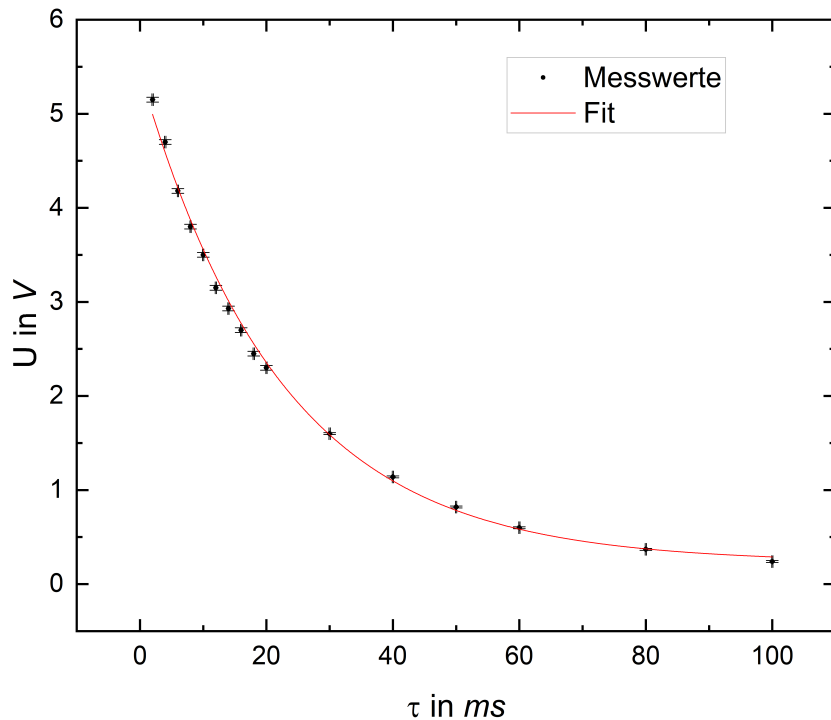
Bei der Messung von T_2 wurden folgende Einstellungen verwendet:

A_{len} in μs	B_{len} in μs	F in MHz	P in s
3.90	7.80	21.57647	1

Spin-Echo Methode

Zur Bestimmung von T_2 wird die gemessene Spannung des Spin-Echos gegen 2τ aufgetragen. Der Grund dafür ist, dass die Abfolge zur Messung von T_2 aus einem 90° Puls, dem nach einer veränderbaren Zeit τ ein 180° Puls folgt, besteht. Diesem Puls folgt wiederum nach der Zeit τ das Spin-Echo, weshalb insgesamt die Zeit zwischen dem ersten Puls und dem Spin-Echo genau 2τ beträgt. An die Messwerte wird folgende Funktion angefitet:

$$U(\tau) = U_0 + U_A e^{-\frac{\tau}{T_2}} \quad (30)$$

Abbildung 10: U in Abhängigkeit von τ

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

U_0 in V	0.23 ± 0.04
U_A in V	5.21 ± 0.06
T_1 in ms	22.3 ± 0.6
red. χ^2	15.43

Carr-Purcell und Meibom-Gill Methode

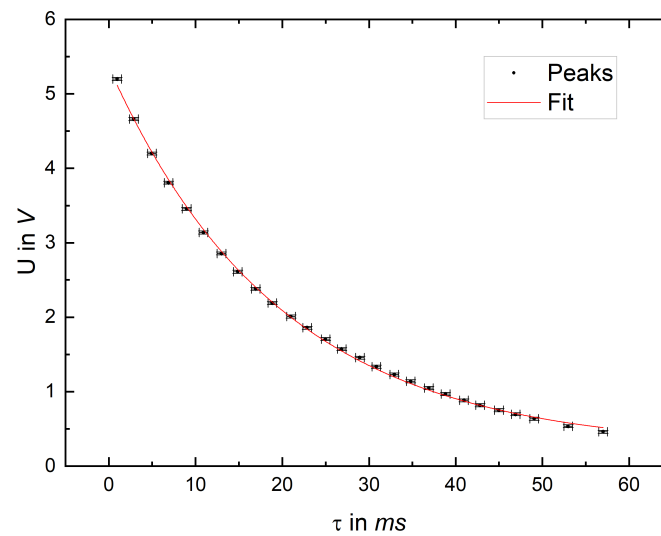
Bei diesen Methoden wurden folgende Einstellungen verwendet:

P in s	N	τ in ms
5.0	50	1

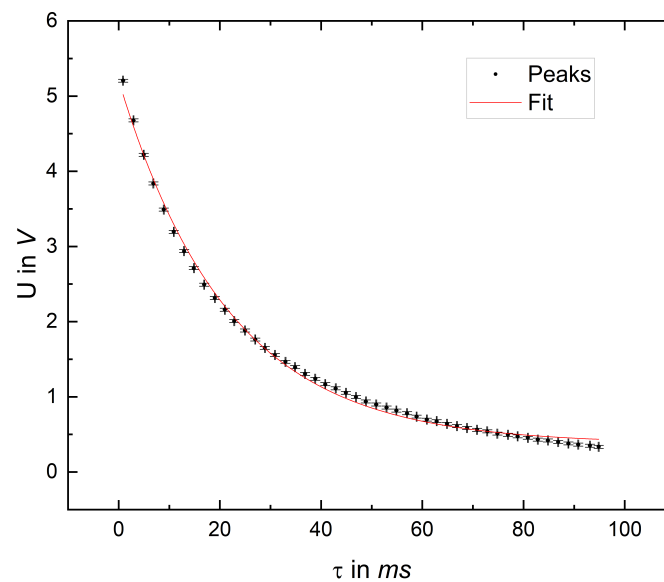
Um die Spannung der einzelnen Peaks zu erhalten, wird in Origin eine Peakanalyse durchgeführt. Die maximale Spannung der einzelnen Peaks wird gegen die dazugehörige Zeit aufgetragen. Der Fehler für die Spannung U ergibt sich aus der Rauschbreite eines Peaks und kann für alle übernommen werden. Der Fehler für Zeit τ ergibt sich aus der Standardabweichung der Zeitdifferenzen zwischen den benachbarten Peaks. Somit erhält man:

CP-Methode		MG-Methode	
ΔU in V	$\Delta \tau$ in ms	ΔU in V	$\Delta \tau$ in ms
0.02	0.11	0.02	0.09

An die Daten wird ebenfalls die Funktion (30) angefitet:



(a) CP-Methode



(b) MG-Methode

Abbildung 11: CP und MG Methode für schweres Mineralöl

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

U_0 in V	0.233 ± 0.028
U_A in V	5.129 ± 0.027
T_1 in ms	19.7 ± 0.3
red. χ^2	2.91

Tabelle 1: CP-Methode

Somit erhält man :

U_0 in V	0.376 ± 0.021
U_A in V	4.83 ± 0.04
T_1 in ms	21.6 ± 0.4
red. χ^2	10.89

Tabelle 2: MG-Methode

T_{2SE} in ms	T_{2CP} in ms	T_{2MG} in ms
22.3 ± 0.6	19.7 ± 0.3	21.6 ± 0.4

Wie erwartet ist der Wert der MG-Methode größer als der CP-Methode. Dies liegt daran, dass es experimentell nicht möglich ist einen perfekten 180° -Puls zu erzeugen. Nach mehreren Pulsen bei der CP-Methode kommt es schon zu großen Abweichungen wodurch zu kleine Werte für T_2 folgen. Auf Grund der Diffusion erwartet man einen Wert für T_{2SE} , der kleiner ist als T_{2CP} und T_{2MG} , da durch die "Mehrfach-Puls-Methoden" der Einfluss der Diffusion auf die Messung von T_2 verringert wird. Der gemessene Wert von T_{2SE} ist jedoch größer als T_{2CP} und T_{2MG} .

4.2. Messung Olivenöl

Die Auswertung erfolgt hier analog zu der vom schwerem Mineralöl.

4.2.1. Spin-Gitter Relaxationszeit T_1

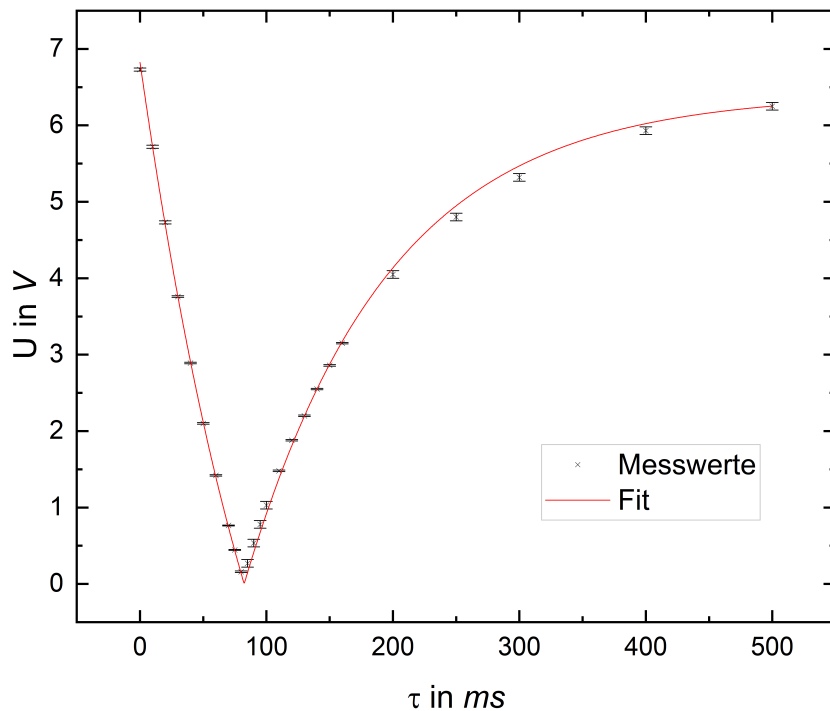
Bei der Messung von T_1 wurden folgende Einstellungen verwendet:

A_{len} in μs	B_{len} in μs	F in MHz	P in s
7.78	-	21.57447	1

Als Abschätzung ergibt sich für T_1 mit $\tau_0 = 80$ ms:

$$T_{1Abs} = \frac{\tau_0}{\ln(2)} \approx 115ms \quad (31)$$

Zur genaueren Bestimmung von T_1 wird wieder die Amplitude gegen die Zeit τ aufgetragen.

Abbildung 12: U in Abhängigkeit von τ

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

U_0 in V	-0.21 ± 0.06
U_A in V	6.62 ± 0.03
T_1 in ms	114 ± 1
red. χ^2	12.32

Somit erhält man :

$T_{1_{Abs}}$ in ms	$T_{1_{Mess}}$ in ms	$T_{1_{Lit}}$ in ms
115	114 ± 1	-

Der gemessene Wert stimmt mit der Abschätzung überein. Der relative Fehler von unter 1 % spricht zudem für ein gutes Ergebnis.

4.2.2. Spin-Spin Relaxationszeit T_2

Bei der Messung von T_2 wurden folgende Einstellungen verwendet:

A_{len} in μs	B_{len} in μs	F in MHz	P in s
3.9	7.78	21.57447	2.4

Spin-Echo Methode

Zur Bestimmung von T_2 wird wieder die gemessene Spannung des Spin-Echos gegen 2τ aufgetragen und die Funktion (30) an die Daten angefitet:

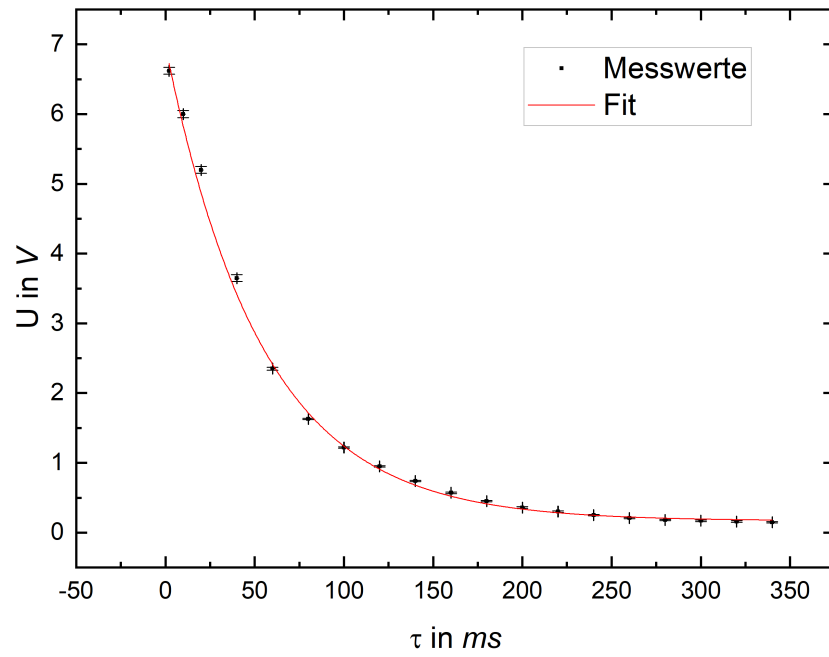


Abbildung 13: U in Abhängigkeit von τ

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

U_0 in V	0.169 ± 0.018
U_A in V	$6,80 \pm 0.15$
T_1 in ms	54.1 ± 1.2
red. χ^2	19.10

Carr-Purcell und Meibom-Gill Methode

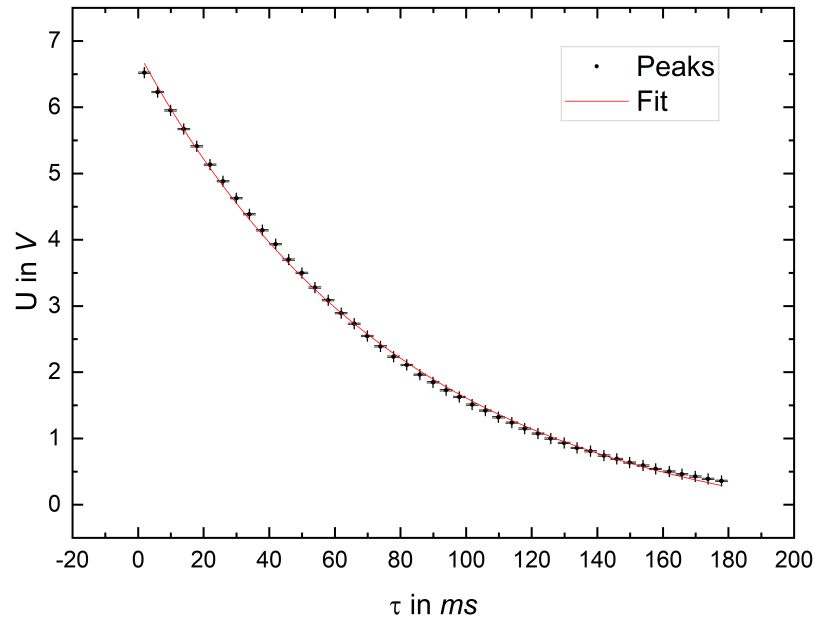
Bei diesen Methoden wurden folgende Einstellungen verwendet:

P in s	N	τ in ms
2.0	100	2

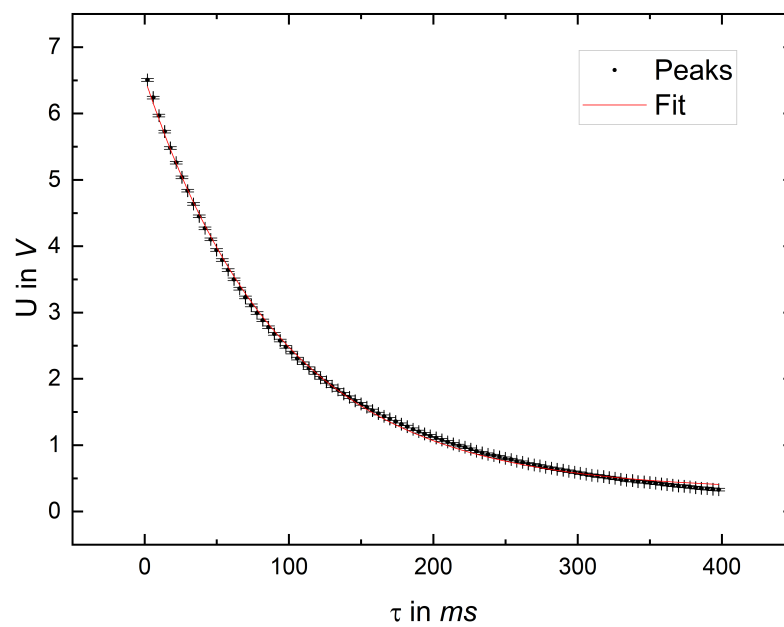
Als Fehler für U und τ erhält man analog zum Abschnitt (4.1.2):

CP-Methode		MG-Methode	
ΔU in V	$\Delta \tau$ in ms	ΔU in V	$\Delta \tau$ in ms
0.02	0.11	0.02	0.08

An die Daten wird ebenfalls die Funktion (30) angefitet:



(a) CP-Methode



(b) MG-Methode

Abbildung 14: CP und MG Methode für Olivenöl

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

U_0 in V	-0.53 ± 0.05
U_A in V	7.36 ± 0.04
T_1 in ms	80.9 ± 1.3
red. χ^2	25.44

Tabelle 3: CP-Methode

U_0 in V	0.315 ± 0.010
U_A in V	6.215 ± 0.018
T_1 in ms	94.7 ± 0.7
red. χ^2	4.65

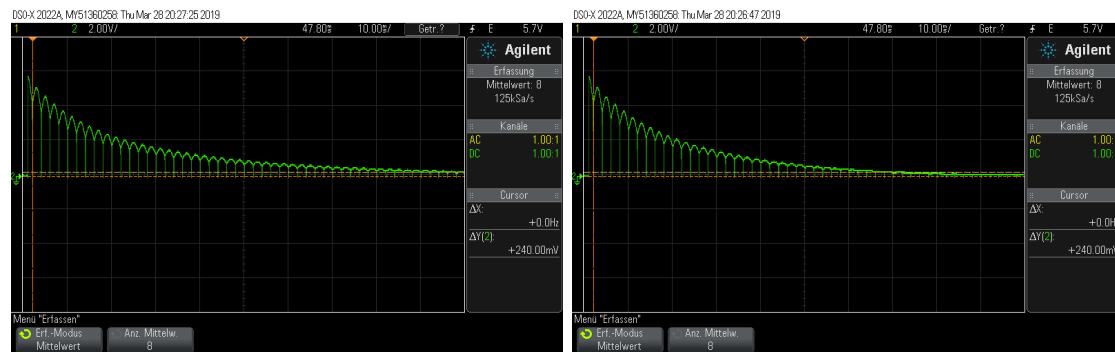
Tabelle 4: MG-Methode

Somit erhält man :

T_{2SE} in ms	T_{2CP} in ms	T_{2MG} in ms
54.1 ± 1.2	80.9 ± 1.3	94.7 ± 0.7

Die erhaltenen Werte stimmen mit den Erwartungen überein. Auf Grund der Diffusion ist der Wert für T_{2SE} kleiner als die anderen beiden. Des Weiteren ist durch die bessere Methode der Wert von T_{2MG} größer als T_{2CP} . Somit gibt T_{2MG} den vermutlich besten Messwert wieder. Der relative Fehler von ca. 0.7% spricht zudem für ein gutes Ergebnis.

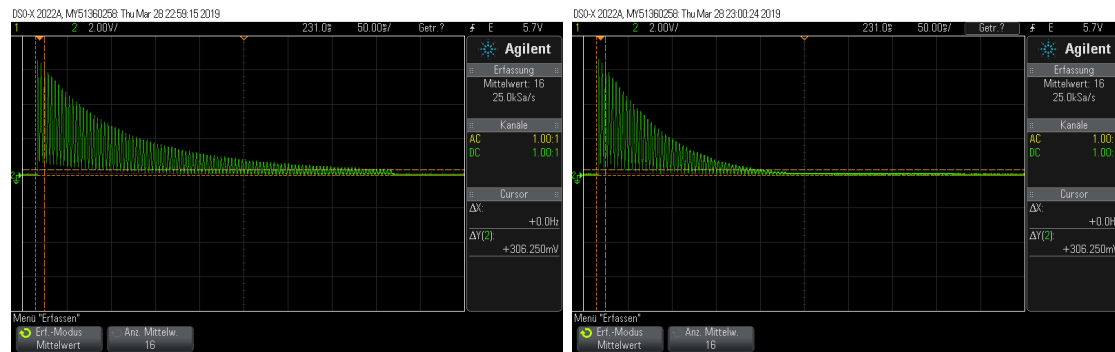
4.3. Vergleich von CP- und MG-Methode



(a) MG-Methode

(b) CP-Methode

Abbildung 15: Vergleich von MG- und CP-Methode bei der Messung von schwerem Mineralöl



(a) MG-Methode

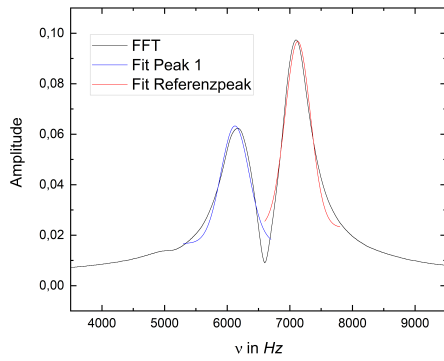
(b) CP-Methode

Abbildung 16: Vergleich von MG- und CP-Methode bei der Messung von Olivenöl

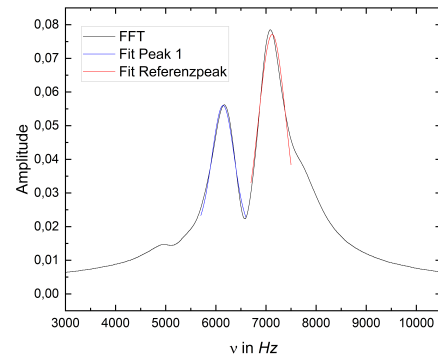
Abbildung 15a bis 16b zeigen die Vorteile der MG-Methode. Vergleicht man Abb. 15a und 15b sieht man, dass bei der CP-Methode die Peaks deutlich unschärfer sind und zum Ende hin gar nicht mehr als solche erkannt werden können. Bei der MG-Methode lassen sich auch bei sehr kleinen Amplituden noch einzelne Peaks ausmachen. In Abb. 16a und 16b wird deutlich, dass die Methoden auch einen großen Einfluss auf die Messung von T_2 hat. Bei der CP-Methode fällt die Kurve deutlich schneller ab als bei der MG-Methode, was zur Messung einer zu kleinen Zeit T_2 führt. Aus diesen Gründen gibt nur die MG-Methode die tatsächliche Zeit T_2 an.

4.4. Bestimmung der chemischen Verschiebung

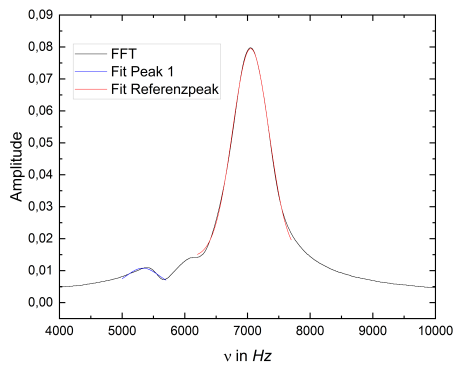
Zur Bestimmung der chemischen Verschiebung werden die Frequenzen der Peaks im Spektrum der FFT identifiziert. Die FFT-Spektren für die verschiedenen Fluor-Proben sind in Abb. 17a - 17e dargestellt. Um den Fehler der Frequenzen zu bestimmen wird je eine Gauß-Kurve an die Peaks angefitet. Als Fehler wird dann die Standardabweichung σ , welche sich aus dem Fit ergibt, verwendet.



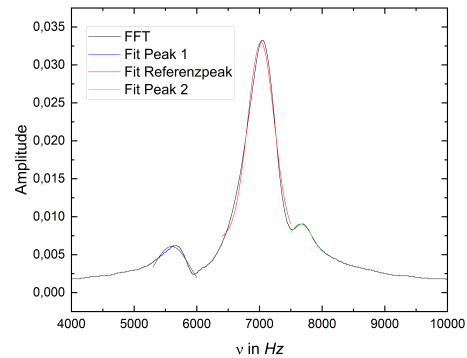
(a) FC-43



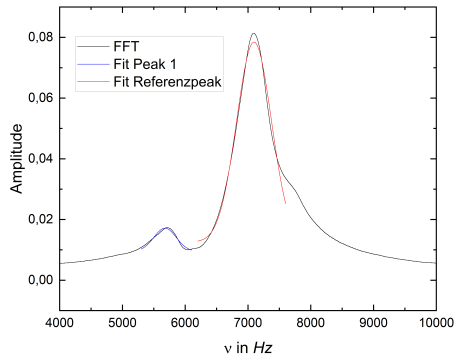
(b) FC-70



(c) FC-770



(d) PFS-1



(e) HT-110

Abbildung 17: FFT von verschiedenen Fluorproben

Die Chemische Verschiebung ϑ lässt sich berechnen über:

$$\vartheta = \frac{(\vartheta_{\text{Probe}} - \vartheta_{\text{Referenz}})/\text{Hz}}{\vartheta_{\text{Referenz}}/\text{MHz}} \quad (32)$$

Der Fehler für die chemische Verschiebung lässt sich berechnen über:

$$\Delta\vartheta = \sqrt{\left(\frac{\Delta\vartheta_i}{F + \vartheta_{\text{Referenz}}}\right)^2 + \left(\frac{F + \vartheta_i}{F + \vartheta_{\text{Referenz}}} \Delta\vartheta_{\text{Referenz}}\right)^2} \quad (33)$$

Wenn die Larmorfrequenz größer als Anregungsfrequenz ist muss berücksichtigt werden, dass die absolute Frequenz der Frequenz des HF-Generators plus der Peakfrequenz ist. Somit ergibt sich:

$$\vartheta = \frac{(\vartheta_{\text{Probe}} - \vartheta_{\text{Referenz}})/\text{Hz}}{(F + \vartheta_{\text{Referenz}})/\text{MHz}} \quad (34)$$

mit F als Frequenz des HF-Generators. Mit der Standardabweichung als Fehler und $F = 20.289\text{MHz}$ ergeben sich folgende Werte für die chemische Verschiebung:

Probe	Frequenz in kHz			Chemische Verschiebung in ppm		
	Referenzpeak	Peak 1	Peak 2	Peak 1	Peak 2	Literaturwert
FC-43	7100 ± 200	6170 ± 220	-	46 ± 15	-	43.18
FC-70	7090 ± 290	6170 ± 220	-	45 ± 18	-	44
FC-770	7050 ± 290	5390 ± 250	-	82 ± 19	-	14
PFS-1	7050 ± 210	5660 ± 290	7680 ± 200	68 ± 18	-31 ± 14	-
HT-110	7090 ± 280	5710 ± 180	-	68 ± 16	-	67

Die Werte stimmen in etwa mit den Literaturwerten überein. Außer der Literaturwert von FC-770 liegt nicht im Fehlerbereich. Allerdings kann auf Grund der veralteten Angabe des Literaturwertes dieser nur bedingt zum Vergleich herangezogen werden. Der große relative Fehler der Messwerte von bis zu 40% spricht zudem für ein nicht so gutes Ergebnis.

5. Fazit

Die Ergebnisse vom schwerem Mineralöl widersprechen den Erwartungen. Die Zeit $T_{1_{\text{Mess}}} = (31.8 \pm 0.6)\text{ms}$ weicht deutlich von der Abschätzung $T_{1_{\text{Abs}}} = 35.5\text{ms}$ und dem Literaturwert $T_{1_{\text{Lit}}} = 36.0\text{ms}$ ab. Die Zeit von $T_{2_{\text{SE}}} = (22.3 \pm 0.6)\text{ms}$ müsste auf Grund der Diffusion kleiner sein, als die Zeit $T_{2_{\text{MG}}} = (21.6 \pm 0.04)\text{ms}$, was nicht der Fall ist. Für diese Abweichungen könnte eine nicht ausreichende Übereinstimmung der Resonanzfrequenz des Schwingkreises mit der Larmorfrequenz der Kerne sein.

Bei der Messung von Olivenöl konnten gute Ergebnisse erzielt werden. Das liegt vermutlich an der sehr genauen Neujustierung des Messaufbaus. Die Abschätzung von $T_{1_{\text{Abs}}} = 115\text{ms}$ stimmt mit dem gemessenen Wert $T_{1_{\text{Mess}}} = (114 \pm 1)\text{ms}$ überein. Bei der Messung von T_2 war wie erwartet $T_{2_{\text{SE}}} = (54.1 \pm 1.2)\text{ms} < T_{2_{\text{CP}}} = (80.9 \pm 1.3)\text{ms} < T_{2_{\text{MG}}} = (94.7 \pm 0.7)\text{ms}$. Hier wurde besonders der Einfluss der Methode auf die Zeit T_2 deutlich. Der Fehler durch die Diffusionszeit wird bei der MG-Methode größtenteils minimiert.

Die ermittelten chemischen Verschiebungen stimmen bis auf FC-770 mit den Anleitungswerten überein und liegen alle im plausiblen Bereich. Jedoch muss in Folge der großen relativen Fehler die Messung als ungenau betrachtet werden.

Insgesamt ist die Messmethode der NMR-Spektroskopie eine sehr genaue, aber auch in Aufbau und Justierung sehr empfindliche Methode zur Analyse von Proben und Messen derer Relaxationszeiten. Über diese können dann verschiedene Stoffe unterschieden werden. Dabei zeichnet sich die MG-Methode als die genaueste und am wenigsten Fehleranfällige Methode für die Zeit T_2 aus.

A. Messwerte

τ in ms	$\Delta\tau$ in ms	U in V	ΔU in V
0,1	0,05	5,7	0,01
5	0,05	4,15	0,01
10	0,05	2,83	0,01
15	0,05	1,71	0,01
20	0,05	0,775	0,005
22,5	0,05	0,35	0,005
25	0,05	0,17	0,005
27,5	0,05	0,54	0,005
30	0,05	0,85	0,01
35	0,05	1,41	0,01
40	0,05	1,9	0,01
45	0,05	2,31	0,01
50	0,05	2,66	0,01
55	0,05	3	0,01
60	0,05	3,28	0,01
70	0,05	3,73	0,01
80	0,05	4,1	0,05
90	0,05	4,33	0,05
100	0,05	4,55	0,05
200	0,05	5,43	0,05

Tabelle 5: T1 schweres Mineralöl

τ in <i>ms</i>	$\Delta\tau$ in <i>ms</i>	U in V	ΔU in V
0,1	0,05	6,73	0,02
10	0,05	5,72	0,02
20	0,05	4,73	0,02
30	0,05	3,76	0,01
40	0,05	2,89	0,01
50	0,05	2,1	0,01
60	0,05	1,42	0,01
70	0,05	0,765	0,005
75	0,05	0,445	0,005
80	0,05	0,16	0,01
85	0,05	0,27	0,05
90	0,05	0,535	0,05
95	0,05	0,78	0,05
100	0,05	1,03	0,05
110	0,05	1,48	0,01
120	0,05	1,88	0,01
130	0,05	2,2	0,01
140	0,05	2,55	0,01
150	0,05	2,86	0,01
160	0,05	3,15	0,01
200	0,05	4,05	0,05
250	0,05	4,8	0,05
300	0,05	5,32	0,05
400	0,05	5,93	0,05
500	0,05	6,25	0,05

Tabelle 6: T1 Olivenöl

τ in <i>ms</i>	$\Delta\tau$ in <i>ms</i>	U in V	ΔU in V
2	0,1	5,15	0,025
4	0,1	4,7	0,025
6	0,1	4,18	0,025
8	0,1	3,8	0,025
10	0,1	3,5	0,025
12	0,1	3,15	0,025
14	0,1	2,93	0,025
16	0,1	2,7	0,025
18	0,1	2,45	0,025
20	0,1	2,3	0,025
30	0,1	1,6	0,01
40	0,1	1,14	0,01
50	0,1	0,82	0,01
60	0,1	0,6	0,01
80	0,1	0,37	0,01
100	0,1	0,24	0,01

Tabelle 7: T2 Schweres Mineralöl SE

τ in <i>ms</i>	$\Delta\tau$ in <i>ms</i>	U in V	ΔU in V
2	0,1	6,62	0,05
10	0,1	6	0,05
20	0,1	5,2	0,05
40	0,1	3,65	0,05
60	0,1	2,35	0,02
80	0,1	1,63	0,01
100	0,1	1,22	0,01
120	0,1	0,95	0,01
140	0,1	0,74	0,01
160	0,1	0,57	0,01
180	0,1	0,45	0,01
200	0,1	0,36	0,01
220	0,1	0,3	0,01
240	0,1	0,25	0,01
260	0,1	0,21	0,01
280	0,1	0,18	0,01
300	0,1	0,17	0,01
320	0,1	0,16	0,01
340	0,1	0,15	0,01

Tabelle 8: T2 Olivenöl SE

Literatur

Relaxationsprozesse in der NMR-Spektroskopie. URL: http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/3/anc/nmr_spek/relaxationsprozesse.vlu.html.

Teachspin (4–9). *Pulsed/CW NMR Spectrometer.*

Wiesche, David und Gerhard Reicherz. *pNMR Versuchsanleitung V306*(Version 1.3).

Abbildungsverzeichnis

1. Präzession des Kernmoments (entnommen aus <i>pNMR Versuchsanleitung V306</i> (Version 1.3))	5
2. Schematische Darstellung des Kernstücks dieses Versuchs (entnommen aus <i>pNMR Versuchsanleitung V306</i> (Version 1.3))	8
3. Ein 90°-Puls mit einem anschließenden 180°-Puls und Echo (entnommen aus <i>pNMR Versuchsanleitung V306</i> (Version 1.3))	9
4. Ausrichtung der magnetischen Momenten nach verschiedenen Pulsen in einem mit der Larmorfrequenz rotierenden Koordinatensystem (entnommen aus <i>pNMR Versuchsanleitung V306</i> (Version 1.3))	10
5. Versuchsaufbau (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)	12
6. Schaltplan der Signal verarbeitenden Elektronik (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)	13
7. Orientierung der Spule zum Permanentmagneten (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)	14
8. Pickup-Probe (entnommen aus Teachspin, 0004–0009)	15
9. U in Abhängigkeit von τ	18
10. U in Abhängigkeit von τ	20
11. CP und MG Methode für schweres Mineralöl	21
12. U in Abhängigkeit von τ	23
13. U in Abhängigkeit von τ	24
14. CP und MG Methode für Olivenöl	25
15. Vergleich von MG- und CP-Mehode bei der Messung von schwerem Mineralöl	26
16. Vergleich von MG- und CP-Mehode bei der Messung von Olivenöl	27
17. FFT von verschiedenen Fluorproben	28