

Versuchsprotokoll
zum Fortgeschrittenenpraktikum im Bachelorstudiengang Physik
an der RWTH Aachen
II. Physikalisches Institut A

Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

*vorgelegt
von*

Moritz Berger
Gerald Kolter

Wintersemester 2017/18

Inhaltsverzeichnis

1 Ziel des Versuchs

Das Ziel des Versuches besteht darin, die Relaxationszeiten von Wasserstoffkernen, also von Protonen, zu bestimmen. Diese geben an, wie schnell sich die Spins nach Auslenkung wieder in Richtung eines konstanten Magnetfeldes ausrichten.

Wenn sich Spins in einem konstanten Magnetfeld (im Folgenden mit B_0 bezeichnet) befinden, richten sie sich entlang dessen aus. Durch Anlegen eines Wechselfeldes (im Folgenden mit B_1 bezeichnet) senkrecht dazu, wird das effektive Magnetfeld zur Vektoraddition zwischen dem konstanten Magnetfeld und dem Wechselfeld. Die Spins präzedieren dann um das effektive Magnetfeld. Wird das Wechselfeld nur kurz angelegt, drehen die Spins keine ganze Rotation um das effektive Magnetfeld. Dadurch kann die Ausrichtung der Spins manipuliert werden. Im Folgenden sind sogenannte $\pi/2$ -Pulse und π -Pulse relevant. Diese bezeichnen Pulse des Wechselfeldes, die die Spins um einen Winkel von $\pi/2$ bzw. π drehen.

Bei der Wahl des Koordinatensystems wird die Z-Achse in Richtung des konstanten Magnetfeldes B_0 gelegt. Für die Betrachtung der Spinausrichtung wird in ein sich mit dem Spin um die z-Achse rotierendes Koordinatensystem gewechselt, sodass der Spin ein konstanter Vektor ist. Wenn die Frequenz der Pulse der Frequenz, mit der die Spins rotieren, der sogenannten Larmorfrequenz $\omega_L = \gamma \cdot B_0$ mit dem gyromagnetischen Verhältnis γ entspricht, bewirkt ein $\pi/2$ -Puls eine Drehung des Spins in die x-y-Ebene. Ein π -Puls spiegelt den Spin an der x-y-Ebene.

2 Aufbau

In ein konstantes Magnetfeld eines Permanentmagneten wird eine Spule so installiert, dass die Magnetfeldrichtung eines durch Induktion in dieser Spule erzeugten Magnetfeldes senkrecht auf dem Feld des Permanentmagneten steht. In diese Spule wird die Probe eingebracht.

Die Spule dient gleichzeitig als Sender für ein Wechselfeld und als Messinstrument für die Magnetisierung in der Richtung der Spule, da diese in der Spule einen Strom induziert.

Mit einem Frequenzgenerator wird ein elektrisches Wechselfeld erzeugt, das wiederum ein Magnetfeld in der Spule induziert. Da zeitlich kurze Magnetfelder benötigt werden, wird der Frequenzgenerator an einen Pulsgenerator angeschlossen. Der dadurch generierte Wechselfeldpuls wird auf die Spule gegeben. Der Pulsgenerator dient gleichzeitig als Triggersignal für das Oszilloskop.

Das elektrische Signal, das in der Spule durch die Magnetisierung induziert wird, wird in einem sogenannten Mixer mit dem Signal des Frequenzgenerators multipliziert. Dieses Signal wird auf dem Oszilloskop zusammen mit dem direkt aus der Spule entnommenen Signal angezeigt.

Der Verstärker bietet die Möglichkeit, die Verstärkung für einen kurzen Zeitraum auf Null zu stellen, das sogenannte blanking. Damit können die Pulse aus dem Oszilloskopbild rausgehalten werden.

3 Durchführung

3.1 Vorversuche

Vor der eigentlichen Messung müssen die Versuchsparameter richtig gewählt werden. Dazu wird anstelle der Probe eine kleine Spule, die anstelle der Empfängerspule an das Oszilloskop angeschlossen wird, in den Probenraum eingebracht. Dann werden die Frequenz (ω_p) und die Höhe der Leiterschleife variiert, bis der induzierte Strom in der Leiterschleife maximal ist. Bei bekannten Größen der Leiterschleife (Querschnittsfläche A und Anzahl Windungen N) kann

daraus die Stärke des Wechselfeldes B_1 bestimmt werden:

$$B_1 = \frac{U_0}{2\omega_p N A}$$

Wenn die Frequenz $\omega_p \approx \omega_L$ gefunden ist, die Länge des $\pi/2$ -Pulses bestimmt werden:

$$T_{\pi/2} = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{1}{\omega_p} = \frac{\pi}{2\omega_p} = \frac{\pi}{2\gamma B_1} = \frac{\pi N A \omega_p}{\gamma U_0} \quad (1)$$

Wobei das gyromagnetische Verhältnis gegeben ist zu:

$$\gamma_{Proton} = 2,675 \cdot 10^8 \frac{1}{T_s}$$

Der π -Puls ist entsprechend doppelt so lang wie der $\pi/2$ -Puls.

Mit diesen Voreinstellungen können nun die korrekten Parameter gewählt werden. Dazu wird die Probe in den Probenraum eingebracht. Der Einfachheit halber auf der Höhe, auf der vorher die Spule war. In dem direkten Signal aus dem Probenraum sollte nun gemäß Additionstheorem eine Schwebung

$$2 \cdot \cos(\omega_L t) \cdot \cos(\omega_p t) = \cos((\omega_L + \omega_p)t) \cdot \cos((\omega_L - \omega_p)t)$$

zu sehen sein, wobei nur der Anteil mit der geringeren Frequenz zu sehen ist ($\propto \cos((\omega_L - \omega_p)t)$). Wenn in den Daten keine Schwingung mehr zu sehen ist, ist damit offensichtlich der Punkt $\omega_p = \omega_L$ gefunden. Um diesen Punkt zu finden, müssen die Höhe der Probe, die Frequenz und mit der Frequenz gemäß Gl. 1 auch die Pulsdauer variiert werden.

Die einzustellenden Parameter sind abhängig von der Frequenz, die wiederum abhängig von der Stärke des konstanten Magnetfeldes ist. Da der Permanentmagnet temperaturabhängig ist, muss die Feineinstellung der Parameter zwischen den Messreihen wiederholt werden.

3.2 Messung von T1

Für die Messung von T1 werden die Spins mit einem π -Puls umgedreht. Nach einer Wartezeit τ , werden die restlichen, noch in der umgedrehten Position befindlichen Spins mit einem $\pi/2$ -Puls in die x-y-Ebene gedreht, um dort vermessen zu werden. Das Ergebnis einer solchen Messung ist beispielhaft in Abbildung 1 gezeigt. Der erste Peak ist der Rest des π -Pulses. Der zweite Peak ist der Free Induction Decay (FID) nach dem $\pi/2$ -Puls.

Für die Bestimmung von T1 wird die Wartezeit zwischen den beiden Pulse durchgefahen und die relative Höhe des FID zur Höhe des π -Pulses bestimmt. Die Erwartung ist ein exponentieller Abfall:

$$U_{rel}(t) := \frac{U_{FID}(t)}{U_0} = 1 - 2e^{-\frac{t}{T_1}} \quad (2)$$

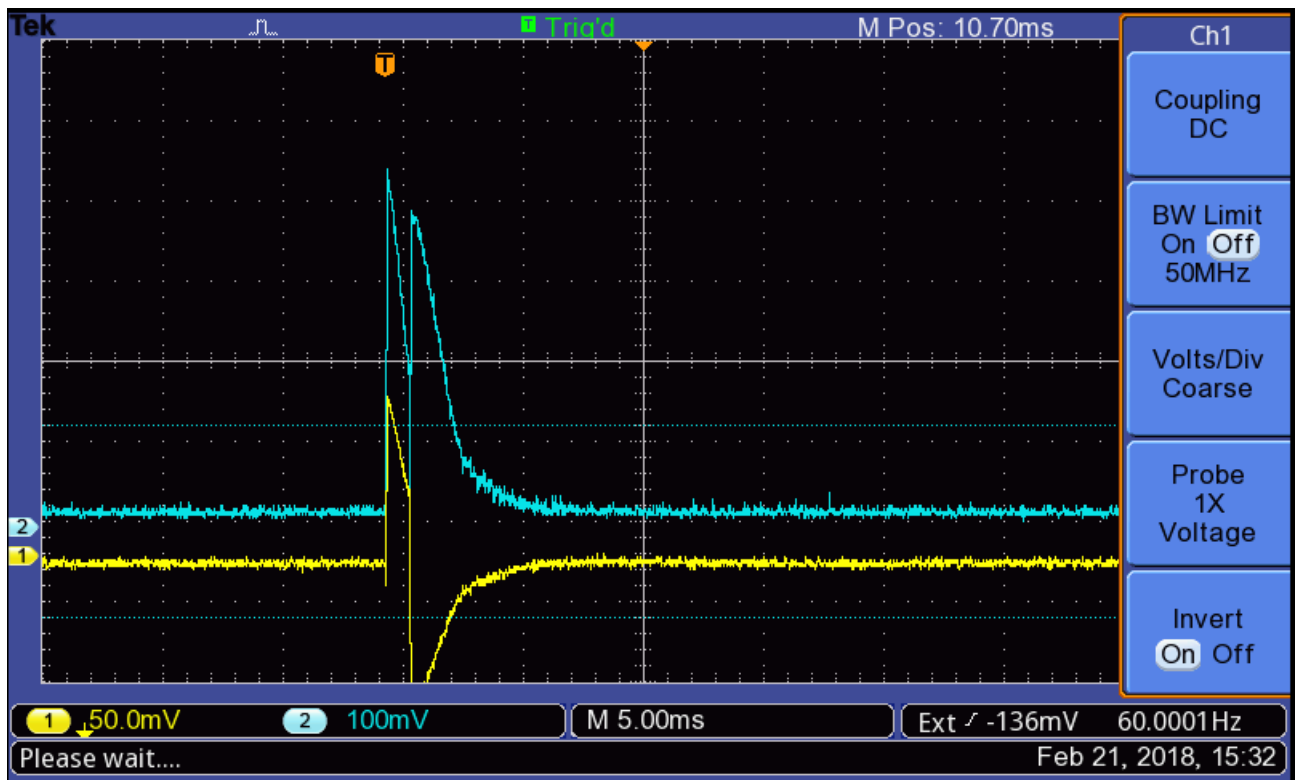


Abbildung 1: Ergebnis einer einzelnen Messung zur Bestimmung von T_1 . Die blaue Kurve zeigt das zu untersuchende Signal.

Pulshöhe [mV]	FID-Höhe [mV]	τ [s]
448	-396	0.918
452	-380	1.800
452	-356	2.700
472	-328	3.618
472	-296	4.554
452	-268	5.436
460	-236	6.300
448	-204	7.290
460	-176	8.154
456	-136	9.036
456	-124	9.954
452	-92	10.854
444	-72	11.862
456	-52	12.978
448	-40	13.428
440	-36	14.040
444	-32	14.148
452	-28	14.490
448	28	14.850
448	44	15.300
440	40	15.516
440	52	15.858
448	60	16.326
440	56	17.118
448	80	18.000
444	108	18.864
444	128	19.818
452	136	20.718
444	160	21.626

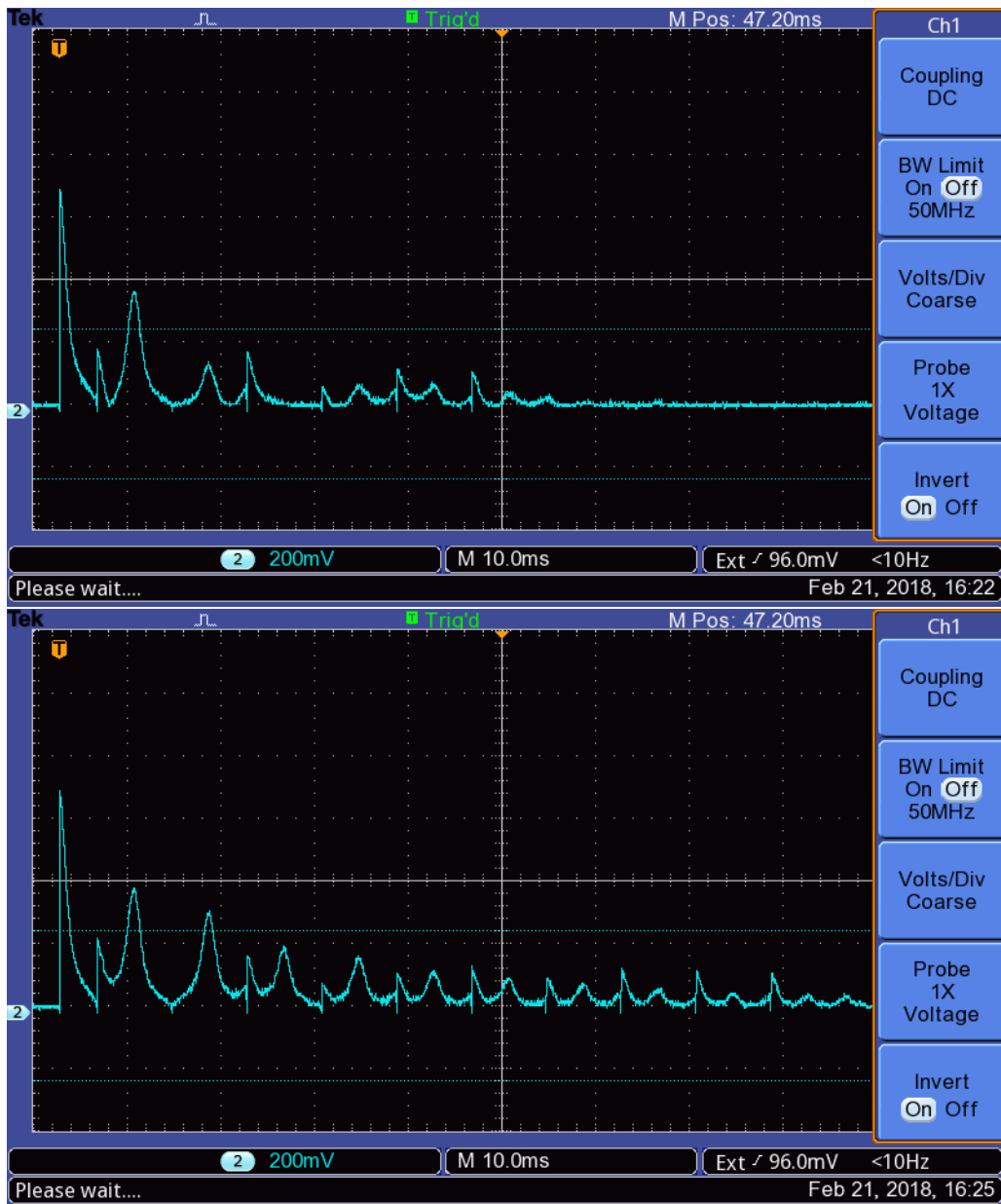


Abbildung 2: ...

3.3 Messung von T2

4 Ergebnisse

4.1 T1

4.1.1 Zero-crossing-point-Methode

4.1.2 Linearer Fit an halblogarithmischer Auftragung

4.1.3 Exponentialfit

4.2 T2