

Kabinet výuky obecné fyziky, UK MFF

Fyzikální praktikum ...



Úloha č.

Název úlohy:

Jméno: Obor: FOF FAF FMUZV

Datum měření:

Datum odevzdání:

Připomínky opravujícího:

	Možný počet bodů	Udělený počet bodů
Práce při měření	0 - 5	
Teoretická část	0 - 1	
Výsledky měření	0 - 8	
Diskuse výsledků	0 - 4	
Závěr	0 - 1	
Seznam použité literatury	0 - 1	
Celkem	max. 20	

Posuzoval:.....

dne:

Pracovní úkoly

1. Nastavení optimálních excitačních podmínek signálu FID ^1H ve vzorku pryže.
2. Měření závislosti amplitudy signálu FID ^1H ve vzorku pryže na délce excitačního pulzu. Určení velikosti amplitudy radiofrekvenčního pole B_1 .
3. Studium signálu dvouimpulzového spinového echa ^1H ve vzorku pryže.
4. Studium procesu koherentní sumace.

Teoretická část

Proton má magnetický moment

$$\boldsymbol{\mu} = \gamma \mathbf{I}, \quad (1)$$

kde γ je gyromagnetický poměr a \mathbf{I} je jeho celkový moment hybnosti. Pokud proton umístíme do magnetického pole velikosti B_0 ve směru osy z , bude magnetický moment protonu vykonávat *Larmorovu precesi* s Larmorovou frekvencí [1]

$$f_L = \frac{\gamma B_0}{2\pi}. \quad (2)$$

Označíme \mathbf{M} jádrou magnetizaci. V látce bude atom interagovat i s okolními atomy a jeho magnetický moment se bude stáčet do směru vnějšího magnetického pole. Pokud jsou magnetické momenty před časem $t = 0$ orientované náhodně (žádné vnější pole, $\mathbf{M} = 0$), a v čase $t = 0$ zapneme magnetické pole, bude časový vývoj magnetizace (složky z) dán [1]

$$M_z(t) = M_0(1 - \exp(-t/T_1)), \quad (3)$$

kde M_0 je rovnovážná magnetizace v daném poli a T_1 je tzv. spin-mřížková relaxační doba.

Pokud v čase $t = 0$ byla naopak příčná složka M_t rovna hodnotě M_{t0} , pak pro její vývoj v čase platí [1]

$$M_t(t) = M_{t0} \exp(-t/T_2), \quad (4)$$

kde T_2 je tzv. spin-spinová relaxační doba. Příčná složka bude zanikat kvůli jak kvůli stáčení momentů do směru pole, tak kvůli nepatrně rozdílným Larmorovým frekvencím jednotlivých jader (nehomogenní pole).

Počáteční magnetizaci vybudíme polem \mathbf{B}_0 . Za trigrovací dobu T_0 pustíme krátký harmonickým pulz ve směru osy x s amplitudou B_1 , frekvencí f_L a délkou τ . Tím otočíme magnetizaci okolo osy x o úhel [1]

$$\varphi = \omega_1 \tau = \gamma B_1 \tau. \quad (5)$$

Volíme takové τ , aby $\varphi = \pi/2$ ($\pi/2$ -pulz). Magnetický moment je potom ve směru osy y .

Magnetizace se poté stáčí do směru pole \mathbf{B}_0 a my pozorujeme tzv. signál volné precese (FID), který je Fourierovým obrazem spektra NMR.

Po určité době dojde k utlumení FID signálu vlivem nehomogenního pole dojde k rozfázování jednotlivých momentů s různou f_L . Pokud nyní (po době t_{12}) od prvního $\pi/2$ -pulzu) pustíme π -pulz, dojde po době t_{12} k jejich opětovnému sfázování. Tomuto jevu říkáme spinové echo.

Standardní odchylka šumového napětí je

$$\sigma_{u^n}^2 = \sqrt{\frac{1}{L-1} \sum_{i=1}^L (u_i^n)^2}, \quad (6)$$

kde u_i^n je hodnota šumu v jednotlivých kanálech a L je počet použitých kanálů. Pokud u_i^n bude aritmetický průměr N náhodných veličin se standardní odchylkou σ_{u^n} , pak bude díky centrální limitní větě platit [1]

$$\sigma_{u^n}^2 \approx \frac{\sigma_{u^n}}{\sqrt{N}}. \quad (7)$$

Výsledky měření

Použili jsme magnetické pole $B_0 = 0,4306$ T. Pro protony platí $\gamma/2\pi = 42,512\,990$ MHz T⁻¹ [1].

Předmětem měření byl vodík ¹H ve vzorku pryže. Larmorova frekvence byla podle (2) rovna

$$f_L = 18,306 \text{ MHz}.$$

To se shodovalo s přednastavenou hodnotou na přístroji. Ověřili jsme, že skutečně dochází k resonanci.

Průběh signálu FID při pulzu dlouhém $\tau = 6$ μ s a trigrovací dobou $T_0 = 400$ ms je v příloze 1. Průběh pulzu je v příloze 2. Z obrázku vidíme, že v prvních cca 40 μ s je detektor přesycen a signál je nepoužitelný. Signál jsme vystředovali přes 10 průběhů (příloha 3) a provedli FFT, abychom dostali NMR spektrum vzorku (příloha 4).

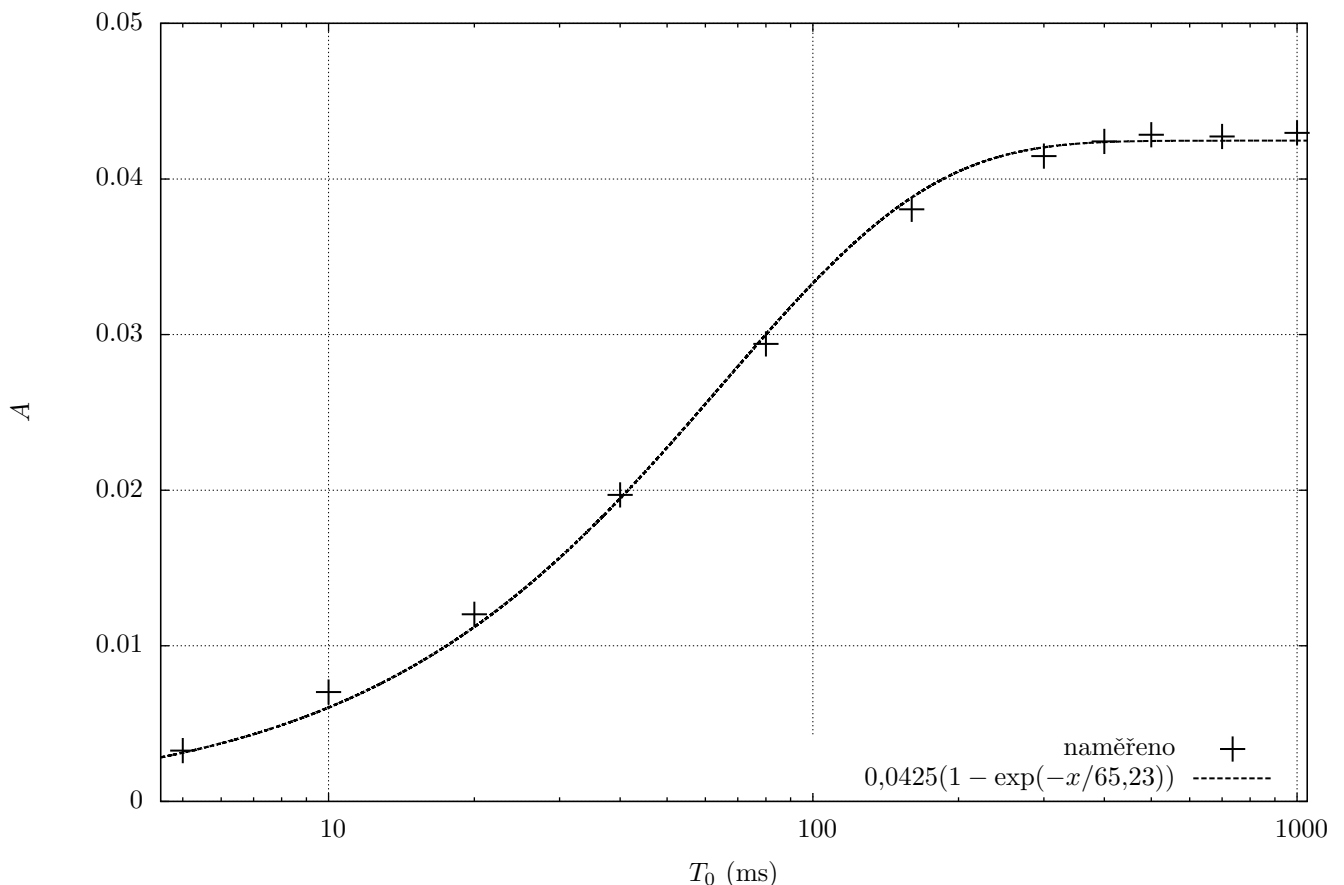
Z (3) vyplývá, že amplituda signálu FID by měla být závislá na trigrovací době jako

$$A(T_0) = A_0(1 - \exp(-T_0/T_1)),$$

Tato závislost je zanesena do grafu 1 a tabulky 1. Fitem jsme určili spin-mřížkovou relaxační dobu

$$T_1 = 65(2) \text{ ms}, \quad A_0 = 0,0425(3).$$

Dále $T_0 = 300$ ms.



Graf 1: Závislost amplitudy signálu FID na trigrovací době T_0 .

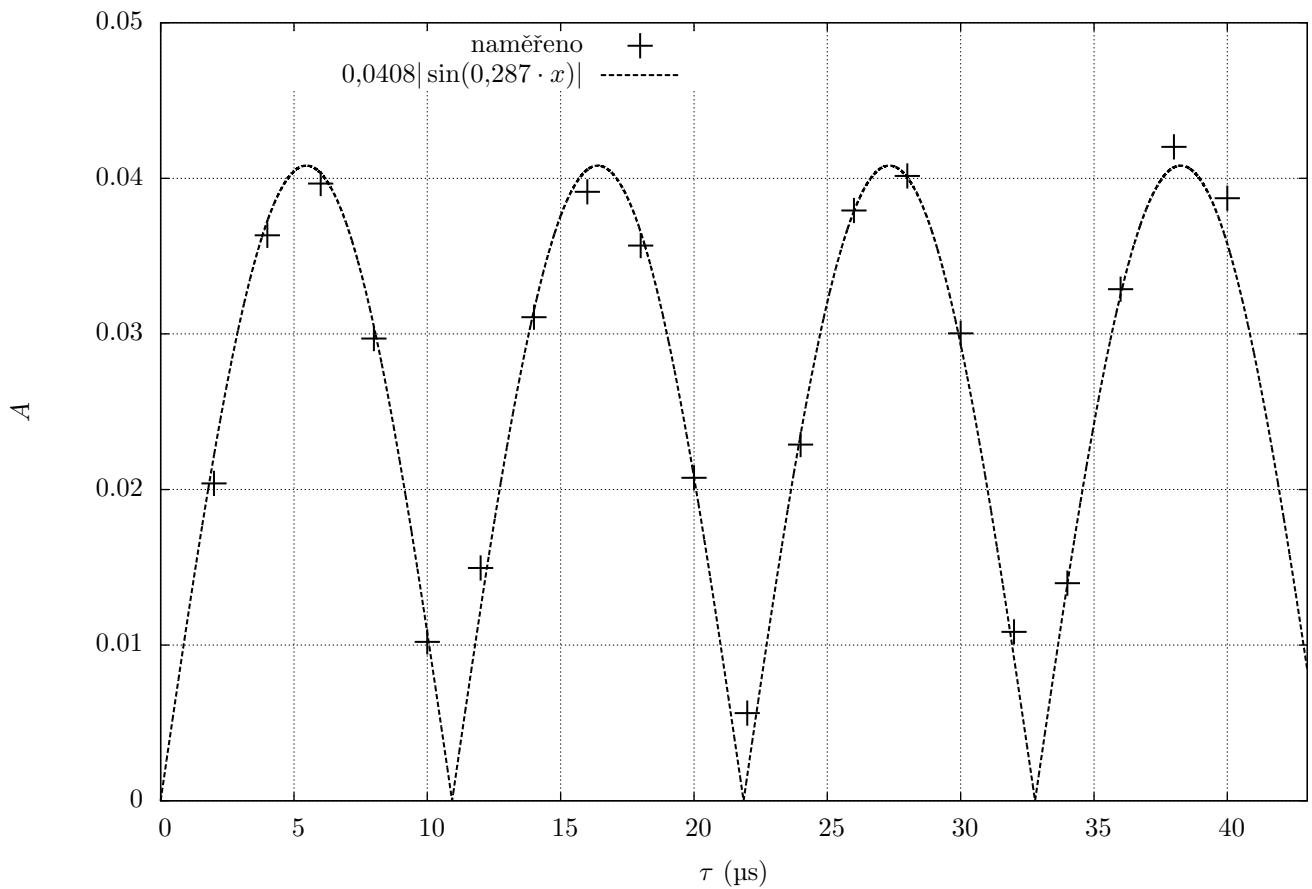
Dále jsme měřili závislost amplitudy signálu FID na délce pulzu τ . Z (5) vyplývá, že závislost by měla mít tvar

$$A(\tau) = A_1 |\sin(\gamma B_1 \tau)|.$$

Tato závislost je vykreslena v grafu 2 a tabulce 2. Fitem jsme určili amplitudu pulzního pole

$$B_1 = 1,076(3) \text{ mT}, \quad A_1 = 0,0408(5).$$

T_0 (ms)	A	T_0 (ms)	A
5	0,003 27	300	0,041 47
10	0,007 03	400	0,042 41
20	0,012 03	500	0,042 84
40	0,019 70	700	0,042 73
80	0,029 40	1000	0,042 96
160	0,038 05		

Tabulka 1: Závislost amplitudy signálu FID na trigovací době T_0 .Graf 2: Závislost amplitudy signálu FID na délce pulzu τ .

τ (μs)	A	τ (μs)	A	τ (μs)	A
2	0,020 39	16	0,039 13	30	0,030 04
4	0,036 34	18	0,035 68	32	0,010 85
6	0,039 66	20	0,020 75	34	0,013 98
8	0,029 70	20	0,005 63	36	0,032 87
10	0,010 21	24	0,022 89	38	0,042 02
12	0,014 96	26	0,037 93	40	0,038 72
14	0,031 07	28	0,040 15		

Tabulka 2: Závislost amplitudy signálu FID na délce pulzu τ .

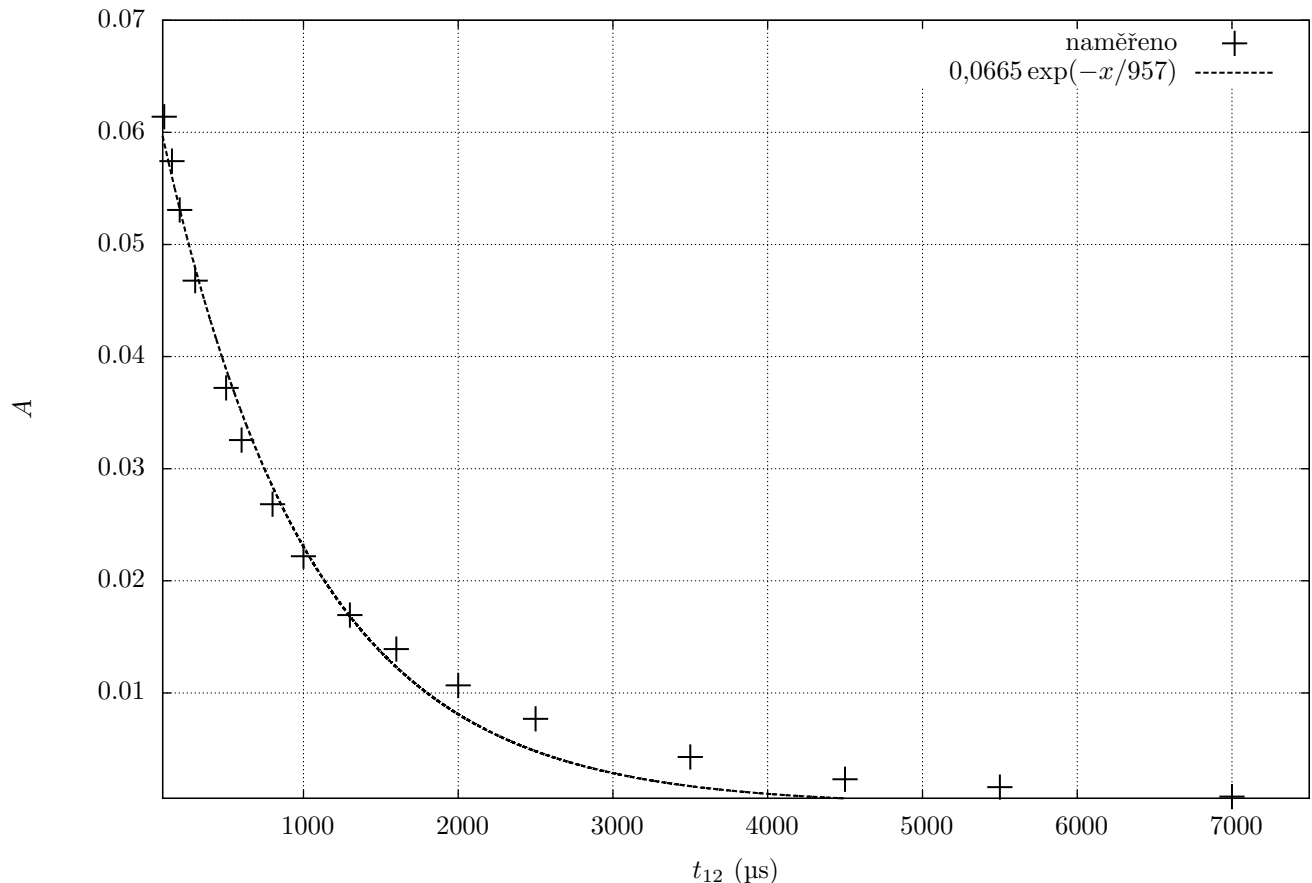
Dále jsme měřili závislost amplitudy signálu spinového echa (viz příloha 5) na odstupu excitačních pulzů t_{12} . Z (4) vyplývá závislost tvaru

$$A(t_{12}) = A_2 \exp(-t_{12}/T_2).$$

Závislost je zanesena do grafu 3 a tabulky 3 (délka prvního pulzu $6\text{ }\mu\text{s}$ a druhého $11,7\text{ }\mu\text{s}$). Fitem jsme určili spin-spinovou relaxační dobu

$$T_2 = 960(40)\text{ }\mu\text{s}, \quad A_2 = 0,066(2).$$

Skutečně platí $T_2 \ll T_1$.

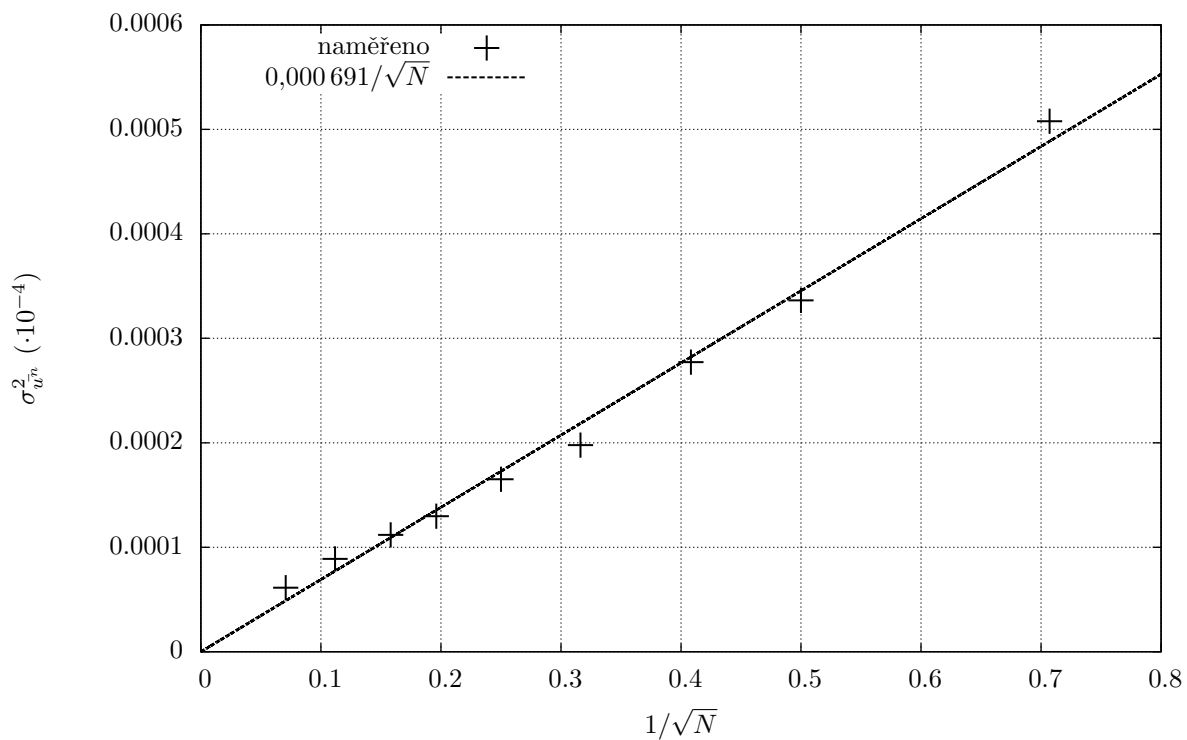


Graf 3: Závislost amplitudy signálu spinového echa na odstupu pulzů t_{12} .

t_{12} (μs)	A	t_{12} (μs)	A	t_{12} (μs)	A
100	0,061 40	800	0,026 84	3500	0,004 29
150	0,057 43	1000	0,022 20	4500	0,002 30
200	0,053 08	1300	0,016 95	5500	0,001 60
300	0,046 77	1600	0,013 91	7000	0,000 76
500	0,037 21	2000	0,010 68		
600	0,032 56	2500	0,007 69		

Tabulka 3: Závislost amplitudy signálu spinového echa na odstupu pulzů t_{12} .

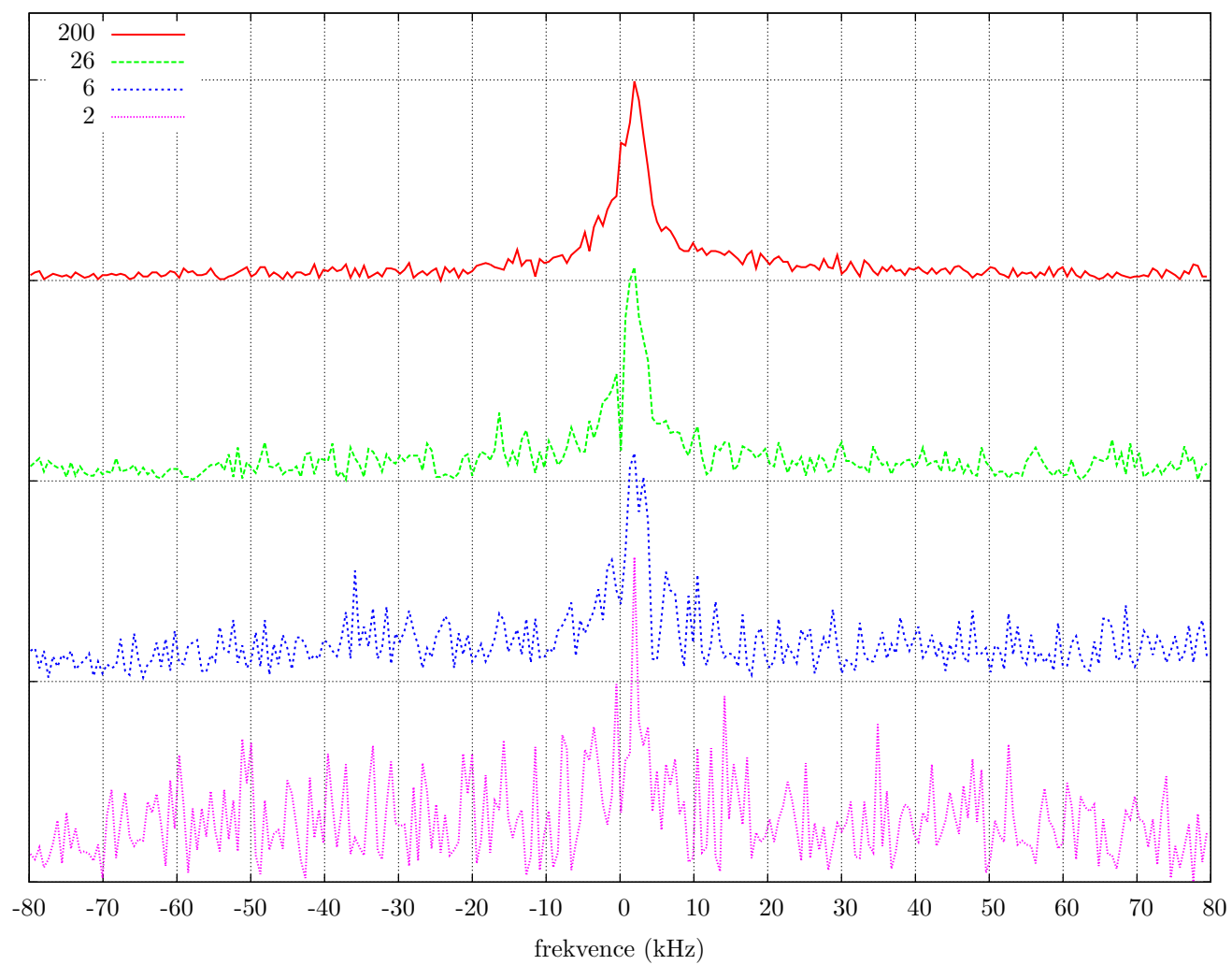
Vyšetřili jsme závislost standardní odchylky šumového napětí na počtu sumací, výsledky jsou v grafu 4 a tabulce 4. V grafu 5 je zakresleno několik spekter pro vybrané počty sumací (jsou vertikálně posunuté pro lepší porovnatelnost). Podle očekávání se intenzita šumu snižuje.



Graf 4: Závislost standardní odchylky šumového napětí na počtu sumací

N	$\sigma_{u_n}^2 \cdot 10^{-4}$
2	5,079
4	3,363
6	2,772
10	1,978
16	1,651
26	1,297
40	1,119
80	0,8890
200	0,6124

Tabulka 4: Závislost standardní odchylky šumového napětí na počtu sumací



Graf 5: Spektrum pro vybrané počty sumací.

Diskuze

Závislosti na grafech 1 a 2 se velmi dobře shodují s teoretickými. Naopak závislost na grafu 3 neodpovídá příliš přesně exponenciálnímu poklesu u vyšších časů.

Nejistotu u časů T_1 a T_2 považujeme za podhodnocenou, pokud například závislost na grafu 3 fitujeme (lineárně) až po zlogaritmování (což odpovídá přiřazení váhy bodům), dostaneme hodnotu 1600 μs . Proto jsme v závěru nejistotu patřičně zvětšili a nejistota uvedená v části *Výsledky měření* je pouze statistická chyba fitu.

Největší chybu metody způsobuje pravděpodobně nehomogenita pole, která je řádově vyšší než je u podobných přístrojů běžné.

Intenzita šumu klesá úměrně $1/\sqrt{N}$. Pro $N = 200$ už je šum poměrně zanedbatelný.

Závěr

Určili jsme spin-mřížkovou a spin-spinovou relaxační dobu (viz *Diskuze*),

$$T_1 = 65(10) \text{ ms}, \quad T_2 = 1000(300) \mu\text{s}.$$

Určili jsme amplitudu radiofrekvenčního pole

$$B_1 = 1,076(3) \text{ mT}.$$

Při středování více průběhů dochází ke zvýšení poměru signálu ku šumu. Intenzita šumu klesá poměrně přesně jako $1/\sqrt{N}$.

Seznam použité literatury

1. *Pulzní metoda NMR—Základní fyzikální praktikum* [online]. [cit. 2017-11-06]. Dostupný z WWW: <http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/zadani/410>.