# A10-B Nukleární magnetická rezonance (NMR) (část nadstavbová)

### Studium relaxací NMR v roztocích

Po absolvování základní části, úlohy A10-A, která má charakter spíše metodický, si mohou studenti zapsat i úlohu nadstavbovou A10-B, která má jasnou fyzikální náplň a představuje jednu z důležitých variant požití metody NMR v základním a aplikovaném výzkumu.

#### Pracovní úkol

## A10-B) Studium relaxací NMR v roztocích

- 1) Měření spin-mřížkové relaxační doby  $T_1$  signálu NMR <sup>1</sup>H v roztocích s proměnnou koncentrací CuSO<sub>4</sub> metodou ( $\pi$ , $\pi$ /2) pulzu ("inversion recovery")
- 2) Měření spin-spinové relaxační doby  $T_2$  signálu NMR  $^1$ H v roztocích s proměnnou koncentrací CuSO $_4$  metodou spinového echa

# Základní poznatky o NMR relaxaci

Úloha A10-B navazuje na úvodní úlohu A10-A a **předpokládá její absolvování**. Text uvedený v této části proto neopakuje text úvodní úlohy a v případě potřeby se na něj pouze odvolává.

#### 1. Úvod do teorie relaxace

Relaxační jevy jsou důsledkem **dynamických procesů** probíhajících ve spinovém systému a v jeho okolí (mřížce). Studium relaxačních konstant  $T_1$ ,  $T_2$  proto může přinést cenné informace o molekulárních pohybech, o koncentraci a distribuci příměsí a řadu dalších cených informací o struktuře studovaných látek.

V rámci zjednodušeného modelu je možno vysvětlit relaxační procesy jako důsledek náhodně fluktuujících lokálních magnetických polí, jimiž na izolovaný spin působí jeho okolí. V dalším uvedeme stručně hlavní výsledky, pro podrobnější výklad viz např. ([1]-[3]). Statistické vlastnosti náhodné, na čase závislé veličiny b(t) (obecně komplexní, hvězdičkou značíme komplexně sdruženou veličinu) se zavádí tzv. **korelační (resp. autokorelační) funkce**  $K(\tau)$ 

$$K(\tau) = \overline{b(t)b^*(t+\tau)}$$
(1)

kde pruhem označujeme časovou střední hodnotu, přičemž předpokládáme, že ji lze ve stacionárním stavu zaměnit střední hodnotou přes soubor. Veličinou b(t) mohou být například složky zmíněného náhodně fluktuujícího magnetického pole v místě daného spinu. V nejjednodušších případech náhodných pohybů je průběh korelační funkce dobře vystižen exponenciální závislostí, použitou např. pro popis Brownova pohybu v kapalině

$$K(\tau) = \overline{b(t)b^*(t)} e^{-\frac{|\tau|}{\tau_c}}, \qquad (2)$$

kde  $\tau_c$  je t.zv. **korelační doba**, která vyjadřuje, zhruba řečeno, jak dlouho si náhodná veličina "pamatuje" svou předchozí hodnotu. Jestliže nyní vyjdeme opět z pohybové rovnice jediného spinu a uvážíme vliv fluktuujícího vektorového pole b(t):

$$\frac{d\boldsymbol{\mu}}{dt} = \gamma \left( \boldsymbol{\mu} \times \left( \boldsymbol{B}_0 + \boldsymbol{b}(t) \right) \right) \quad , \tag{3}$$

lze odvodit (podrobněji viz např. [1]) pro relaxační doby vztahy:

$$\frac{1}{T_{1}} = \frac{\gamma^{2}}{2} \left( J_{xx} \left( \omega_{0} \right) + J_{yy} \left( \omega_{0} \right) \right) 
\frac{1}{T_{2}} = \frac{\gamma^{2}}{2} \left( J_{xx} \left( \omega_{0} \right) + J_{zz} \left( 0 \right) \right)$$
(4)

kde  $J_{xx}(\omega_0)$  a  $J_{yy}(\omega_0)$  jsou amplitudy **spektrální hustoty korelační funkce** (1) složek lokálního pole  $b_x$  a  $b_y$  při frekvenci  $\omega_0$  a  $J_{zz}(0)$  je amplituda spektrální hustoty korelační složky lokálního pole  $b_z$  při frekvenci nulové (statická). Spektrální hustota korelační funkce je definována jako její Fourierův obraz. Pro korelační funkci x-ové složky fluktuujícího lokálního pole je tedy:

$$J_{xx}(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} K_{xx}(\tau) e^{i\omega\tau} d\tau = \int_{-\infty}^{+\infty} \overline{b_x(t) b_x^*(t+\tau)} e^{i\omega\tau} d\tau.$$
 (5)

Použijeme-li nyní korelační funkci ve tvaru (2), je možno spočítat:

$$J_{xx}(\omega) = \overline{b_x(t)b_x^*(t)} \frac{2\tau_c}{1 + \omega^2 \tau_c^2} = \overline{b_x^2} \frac{2\tau_c}{1 + \omega^2 \tau_c^2} , \qquad (6)$$

kde  $\overline{b_x^2}$  je vystředovaný čtverec amplitudy *x*-ové složky fluktuujícího lokálního pole. Pro složky *y* a *z* jsou výrazy (5) a (6) pro spektrální hustoty korelační funkce analogické.

Výrazy (4) pro relaxační doby mají fyzikálně názorný význam. Spin mřížkovou relaxaci, tedy změnu orientace magnetizace vůči externímu poli, mohou zajistit pouze fluktuace příčných složek lokálního pole a to jejich spektrální složky při Larmorově frekvenci. Jejich působení na magnetizaci je obdobné působení rf pole. V případě relaxace spin-spinové odpovídá spektrální hustota korelační funkce příčné složky fluktuujícího pole při Larmorově frekvenci výše zmíněnému podílu procesu spin-mřížkové relaxace a spektrální hustota korelační funkce podélné složky fluktuujícího pole při nulové frekvenci příspěvku "statické" nehomogenity lokálního pole. S využitím (6) je možno výrazy pro relaxační doby přepsat do tvaru:

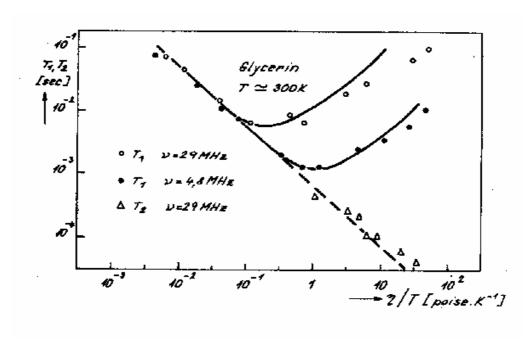
$$\frac{1}{T_{1}} = \frac{\gamma^{2}}{2} \left(\overline{b_{x}^{2}} + \overline{b_{y}^{2}}\right) \frac{\tau_{c}}{1 + \omega_{0}^{2} \tau_{c}^{2}} 
\frac{1}{T_{2}} = \frac{\gamma^{2}}{2} \left(\overline{b_{x}^{2}} + \overline{b_{y}^{2}} + \overline{b_{z}^{2}} \tau_{c}\right) \tag{7}$$

Vztahy (7) dovolují v některých případech kvalitativně posoudit vzájemné velikosti relaxačních dob  $T_I$  a  $T_2$ . Tak například v isotropních kapalinách, kde lze předpokládat

$$\overline{b_x^2} = \overline{b_y^2} = \overline{b_z^2}$$

je pro případ nízké viskozity a tedy krátké  $\tau_c$  obvykle splněna podmínka  $\omega_0 \tau_c << 1$  a pro relaxační doby je tedy možno podle (7) očekávat  $T_1 \cong T_2$ . Na druhé straně pro kapaliny s vysokou viskozitou, nebo pro pevné látky, kde je naopak  $\omega_0 \tau_c >> 1$ , je podle (7) dominantním vliv členu  $\overline{b_z^2 \tau_c}$  a relaxační doba  $T_2 << T_1$ . Uvedené úvahy je možno dále ilustrovat klasickým experimentem s teplotní závislostí relaxačních dob NMR protonů v glycerinu (obr. 1). Korelační doba  $\tau_c$  je v kapalinách přímo úměrná viskozitě a nepřímo úměrná teplotě (viz např. [1]). Vzhledem k tomu, že viskozita glycerinu se s teplotou mění podstatně rychleji než lineárně, je možno změnou teploty dosáhnout výrazných změn

poměru viskozity a teploty, a tedy korelační doby. V případě glycerinu je možno v použitelném rozsahu teplot a s nepříliš vysokou použitou frekvencí signálu NMR postihnout celou potřebnou oblast hodnot  $\tau_c$  od  $\omega_0$   $\tau_c << 1$  až po  $\omega_0$   $\tau_c >> 1$ . Současná měření relaxačních dob  $T_1$  a  $T_2$  pak skutečně ukazují očekávanou shodu obou hodnot v oblasti  $\omega_0$   $\tau_c << 1$  a naopak  $T_2 << T_1$  v oblasti delších korelačních dob při nižších teplotách (viz. obr. 1). Navíc je z tohoto experimentu (podle očekávání) zřejmé, že se snížením Larmorovy frekvence se oblast hodnot  $\omega_0 \tau_c \approx 1$  posune k vyšším korelačním dobám.



Obr. 1. Závislost relaxačních dob glycerinu na viskozitě

### 2. Vliv paramagnetických příměsí

Experimentálně bylo stanoveno, že již malé koncentrace paramagnetických příměsí v diamagnetických kapalinách významně zkracují obě relaxační doby  $T_1$ ,  $T_2$ . Pro kvalitativní objasnění tohoto poznatku je pro zjednodušení vhodné uvažovat izotropní kapalinu s nepříliš vysokou viskositou při "vysokých" teplotách, kdy je  $\omega_0 \tau_c <<1$ , tzv. " vysokoteplotní" přiblížení. Obecné rovnice (7) se pak redukují na:

$$\frac{1}{T_{1}} = \frac{\gamma^{2}}{2} \tau_{c} \left( \overline{b_{x}^{2}} + \overline{b_{y}^{2}} \right)$$

$$\frac{1}{T_{2}} = \frac{\gamma^{2}}{2} \tau_{c} \left( \overline{b_{x}^{2}} + \overline{b_{z}^{2}} \right)$$
(8)

Pro další výpočet konkrétního tvaru relaxačních rychlostí je třeba blíže specifikovat zdroj fluktuujících lokálních magnetických polí. V případě diamagnetických kapalin je často

dominantním zdrojem dipól-dipólová interakce daného jádra s okolními jadernými magnetickými momenty.

V případě vody se při výpočtu relaxační rychlosti uvažuje nejprve interakce mezi jádry v dané molekule vody, tzv. část rotační, a poté vliv jader v molekulách okolních, tzv. část translační. V případě rotační části se vzdálenost interagujících jader nemění a ve výrazech pro složky lokálního pole (8) se středují pouze závislosti úhlové. Rotační pohyb molekuly se aproximuje pohybem koule o poloměru molekuly ( $\boldsymbol{a}$ ) ve viskózní kapalině ( $\boldsymbol{\eta}$ ). Označíme-li dále vzdálenost interagujících jader symbolem  $\boldsymbol{b}$ , dostaneme konkrétním výpočtem (viz např. [1], vyjádřeno v SI):

$$\left(\frac{1}{T_1}\right)_{\text{rot}} = \left(\frac{1}{T_2}\right)_{\text{rot}} = \left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right)^2 \frac{12}{10} \gamma_H^2 \tau_c \frac{{\mu_H}^2}{b^6} , \qquad (9)$$

kde  $\tau_c$  je výše zavedená korelační doba pro rotační pohyb molekuly. S využitím Stokesovy formule pro relaxační čas elektrického dipólového momentu v polárních kapalinách [1]:

$$\tau = \frac{4\pi\eta a^3}{3kT}$$

je možno odhadnout korelační dobu pro rotační pohyb molekuly vody  $\tau_c=0,35.10^{-11}\,\mathrm{s}$  . Vztah (9) má potom tvar:

$$\left(\frac{1}{T_1}\right)_{\text{rot}} = \left(\frac{1}{T_2}\right)_{\text{rot}} = \left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right)^2 \frac{8\pi\eta a^3}{5kT} \gamma_H^2 \frac{{\mu_H}^2}{b^6} . \tag{10}$$

Příspěvek okolních molekul vody je v práci [1] diskutován modelovou představou o vzájemném isotropním pohybu molekul vody. Středování je potom zapotřebí provést nejen přes úhlové závislosti, ale též pro proměnnou vzájemnou vzdálenost molekul. Konkrétní výpočet potom dává vztah:

$$\left(\frac{1}{T_1}\right)_{tr} = \left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right)^2 \frac{2\pi}{5} \frac{\gamma_H^2 N_0}{aD} \mu_H^2 \quad , \tag{11}$$

kde  $N_0$  a D je počet molekul v jednotce objemu a difúzní konstanta. S využitm Stokesovy formule

$$D = \frac{kT}{6\pi na}$$

je možno vztah (10) přepsat do někdy používaného tvaru

$$\left(\frac{1}{T_1}\right)_{tr} = \mu_0^2 \frac{3\eta N_0}{20 kT} \gamma_H^2 \mu_H^2 \qquad (12)$$

S využitím principu aditivnosti relaxačních rychlostí potom máme:

$$\left(\frac{1}{T_1}\right) = \left(\frac{1}{T_1}\right)_{rot} + \left(\frac{1}{T_1}\right)_{tr} \tag{13}$$

Z formulí (10) a (12) je vidět několik základních obecnějších poznatků:

- A) relaxační rychlosti jsou úměrné čtverci velikosti magnetického momentu, který je zdrojem lokálního fluktuujícího magnetického pole;
- B) relaxační rychlosti jsou úměrné viskozitě kapaliny

Po dosazení do vztahů (10), (12) a (13) dostaneme v čisté vodě relaxační doby řádu sekund, což je ve vyhovujícím souladu s experimentem.

Pokud jsou však ve vodě také paramagnetické částice (ionty nebo molekuly) s elektronovým magnetickým momentem (např. ionty  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  či radikály), vytvářejí lokální pole asi o šest řádů silnější, než momenty jaderné. To je dáno právě poměrem čtverců jaderného a elektronového magnetického momentu. Velikost jaderného momentu se měří v jaderných magnetonech. Jaderný magneton má velikost  $\mu_N = 5,05.10^{-27} J T^{-1}$ , zatímco pro jednotku elektronového momentu, Bohrův magneton je:  $\mu_B = 9,27.10^{-24} J T^{-1}$ . Lze tedy očekávat, že vliv paramagetických příměsí, bude i v malých koncentracích pro relaxaci protonů ve vodě dominantním relaxačním mechanizmem. Konkrétní vztah pro relaxační rychlosti (opět ve vysokoteplotním přiblížení) byl odvozen modifikací formule (12), která byla opět provedena v klasické práci [1]:

$$\frac{1}{T_{4}} = \mu_{0}^{2} \frac{6\eta N_{Cu^{2+}}}{40kT} \gamma_{H}^{2} \mu_{ef}^{2} \qquad (14)$$

Vztah (14) udává příspěvek k relaxační rychlosti daný okolními paramagnetickými částicemi s efektivním elektronovým magnetickým momentem  $\mu_{ef}^2$ . V použitém modelu se nečiní rozdílu mezi velikostí a pohyblivostí molekuly vody a příslušné paramagnetické částice (např. iontu  $Cu^{2+}$ ).  $N_{Cu^{2+}}$  udává počet paramagnetických iontů v jednotce objemu a ve vztahu (14) má význam pravděpodobnosti, se kterou se paramagnetický iont vyskytuje na místě molekuly vody. Při měření závislosti relaxačních rychlostí na koncentraci paramagnetického iontu ve vodě tedy očekáváme, zejména v oblasti nízkých koncentrací paramagnetických iontů, závislost lineární.

#### 3. Měření relaxačních dob

Základní možnost pro **měření spin-spinové relaxační doby**  $T_2$  poskytuje studium závislosti amplitudy signálu spinového echa  $A_e$  na odstupu excitačních pulzů  $t_w$ :

$$A_e \approx e^{-\frac{2 t_w}{T_2}}$$
 (A15)

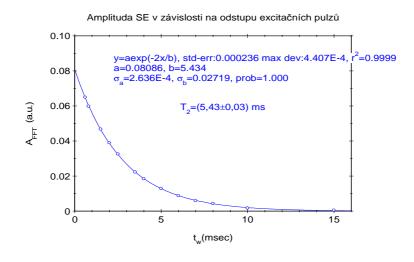
Vztah (A15) předpokládá, že v průběhu tvorby signálu spinového echa, tedy v čase  $(Q2t_w)$ , se pro danou ("isofrekvenční") skupinu jader, která má v okamžiku počátku pulzni sekvence v čase t=0 resonanční frekvenci v intervalu  $(a_0,a_0+da_0)$ , tato hodnota rezonanční frekvence nemění. V případě delších relaxačních časů a málo viskózních kapalin však tato podmínka nemusí být splněna. Molekuly kapaliny se díky difúzi posunou za čas  $(Q2t_w)$  do jiného místa vzorku a mají tak v průběhu tvorby signálu postupně jinou hodnotu rezonanční frekvence. Tento proces vede k rychlejšímu poklesu amplitudy signálu spinového echa (v závislosti na  $2t_w$ ), než udává vztah (A15). Podrobnějším rozborem je možno ukázat [5, 6] že vztah (A15) je nutno modifikovat dodatečnou časovou závislostí a výsledný tvar je potom

$$A_{e} \approx e^{-\frac{2t_{w}}{T_{2}}} e^{-\frac{8}{3}kt_{w}^{3}}$$
 (15)

Ve vztahu (15) je konstanta k dána vztahem:

$$k = (\gamma G)^2 D \qquad , \tag{16}$$

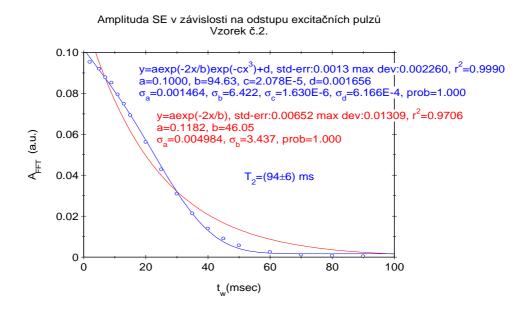
kde  $\gamma$  je gyromagnetický poměr jader, D je viskozita kapaliny a  $G = dB_0 / d\ell$  je předpokládaný konstantní gradient magnetického pole v místě vzorku. Význam korekce je možno nahlédnout z následujících dvou příkladů měření právě na vzorcích s proměnnou koncentrací



Obr. 2. Monoexponenciální pokles amplitudy signálu spinového echa

paramagnetických iontů. V prvém případě, kdy je koncentrace vyšší, je relaxační doba kratší, difúze se neprojeví a fit s využitím (A15) je vyhovující (obr. 2).

Ve druhém případě je koncentrace paramagnetických příměsí nízká a relaxační doba delší. Měřená závislost evidentně není jednoduchou exponenciálou (obr. 3).



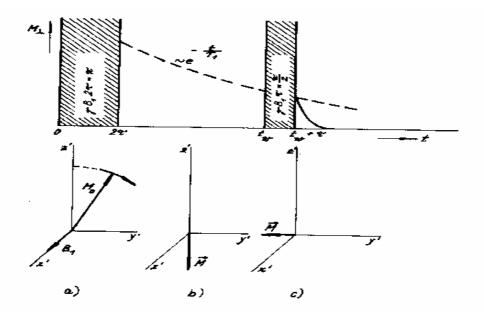
Obr. 3. Nutnost korekce poklesu amplitudy signálu spinového echa na probíhající difúzi

Pokus o fit podle (A15) také zřejmě nesedí (viz červenou křivku). S použitím korekce na difúzi podle vztahu (15) však přináší rozumný souhlas s experimentem.

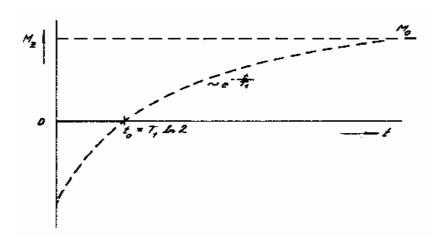
Dvouimpulzové pulzní sekvence je možno dále též využít ke **stanovení spin-mřížkové relaxační doby**  $T_I$ . Z řady možných variant (blíže viz např. [1, 2]) popíšeme podrobněji metodu  $\left(\pi,\frac{\pi}{2}\right)$ , která se někdy nazývá metodou "inversion recovery" (IR). Prvý (excitační)  $\pi$ -pulz, otočí magnetizaci do směru osy -z' (viz A10-A). Po jeho skončení nastává relaxace podle vztahu (A8). Řešením diferenciální rovnice (A12) pro z-složku magnetizace s počáteční podmínkou:  $M_z(0) = -M_0$  vede na časovou závislost:

$$M_z(t) = M_0(1 - 2e^{-\frac{t}{T_1}})$$
 (17)

Aplikujeme-li po čase t měřící  $\pi/2$ -pulz, je maximální amplituda signálu FID po skončení měřícího pulzu ( $A_{FID}$ , obr. 4) úměrná z-ové složce magnetizace podle (17). Proměřením závislosti  $M_z(t)$  s následným fitem podle (17) je možno nalézt relaxační konstantu  $T_1$  (obr. 5).



Obr. 4. Princip měření spin-mřížkové relaxační doby  $T_1$  metodou inversion recovery



Obr. 5. Závislost podélné složky magnetizace  $M_z$  na době t mezi pulzy v inversion recovery

Měříme-li však po skončení měřícího pulzu pouze amplitudu signálu FID ( $A_{FID}$ , tj. jeho absolutní hodnotu) jako v případě naší praktikální úlohy, nalezneme závislost, která odpovídá vztahu:

$$A_{FID}(t) \approx Abs(1 - 2e^{-\frac{t}{T_1}})$$
 (18)

Jinou možností měření je nalezení odstupu měřícího a excitačního pulzu  $t_0$ , při níž je v této sekvenci (IR) amplituda signálu FID po měřícím pulzu nulová. Z rovnice (17) okamžitě plyne, že:

$$T_1 = \frac{t_0}{\ln 2} \tag{19}$$

#### Literatura

- J.Englich, J.Pilař, B.Sedlák, Experimentální metody biofyziky, Skriptum MFF UK, SPN Praha 1983
- [2] V.Prosser a kol., Experimentální metody bifyziky, kap. 7 Magnetická rezonance, ACADEMIA PRAHA, 1989
- [3] B.Sedlák, R.N.Kuzmin, Jaderné rezonanční metody ve fyzice pevných látek, Skriptum MFF UK, SPN Praha 1978
- [4] J.Englich, Úvod do praktické fyziky I, matfyzpress, Praha 2006
- [5] C.P.Slichter, Principles of Magnetic Resonance, Springer-Verlag, Berlin 1978
- [6] E.L.Hahn, Phys.Rev. 80 (1950), 580

### A10-B

# Měření NMR relaxací v roztocích s paramagnetickými ionty – postup měření

# B1) Měření spin-mřížkové relaxační doby signálu <sup>1</sup>H v roztocích s proměnnou koncentrací CuSO<sub>4</sub> metodou $(\pi,\pi/2)$ pulzu

- Nastavte pulzní sekvenci (π, π/2) pulzů (IR) na základním vzorku č. 1 (roztok 0,02 M, což je 0,02 mol/l CuSO<sub>4</sub> ve vodě). Využijte výsledků pracovního úkolu A2) a nastavte pulz "A" jako π pulz a pulz "B" jako π/2. Počáteční zpoždění pulzu "B" nastavte na hodnotu 300 μs. Zpoždění pulzu "A" nastavte na 10 μs. Zpoždění synchronisačního pulzu "C" nastavte na 70 μs, aby při synchronisaci pulzem "C" nebyla snímaná část signálu FID ovlivněná mrtvou dobou přijímače.
- Nastavte opakovací dobu pulzní sekvence  $T_{TRIG} >> T_1$ . U vzorku č. 1 zvolte  $T_{TRIG} = 300$  ms. V dalším postupu měření uvažte, že se relaxační doba  $T_1$  s klesající koncentrací CuSO<sub>4</sub> prodlužuje, a opakovací dobu podle potřeby prodlužujte, tak aby bylo splněno nejméně  $(T_{TRIG} \ge 5T_1)$ . Pro měření spektra využívejte synchronizaci pulzem "C". Sejměte obrázek základní pulzní sekvence ("hard copy").
- *Měřte závislost amplitudy spektra signálu FID* (A<sub>FFT</sub>) po druhém (měřícím) pulzu na vzdálenosti excitačních pulzů  $t_{12}$  s počáteční hodnotou  $t_{12} = 100$  µs v potřebném intervalu hodnot  $t_{12}$  od hodnoty počáteční až po nasycení (viz (17)). Krok změny  $t_{12}$  volte podle potřeby s ohledem na optimální dobu měření (potřebný počet experimentálních bodů). Naměřenou závislost fitujte teoretickou závislostí (viz vztah (18)). Stanovte relaxační dobu  $T_1$ .
- Nalezněte vzdálenost excitačního a měřícího pulzu t<sub>0</sub>, pro kterou je signál FID po druhém (měřícím) pulzu "B" nulový. Pro tuto hodnotu platí (19). Ověřte tento teoretický vztah u vzorku č. 1.
- $Změřte relaxační doby T_1 u ostatních roztoků CuSO_4$  (s klesající koncentrací paramagnetických iontů viz tab. 1) měřením závislosti  $A_{FFT}(t_{12})$ . Pro stanovení  $T_1$  použijte vždy fitování podle vztahu (18).

Tabulka 1. Koncentrace CuSO<sub>4</sub> v připravených vodných roztocích.  $C_0 = 0.02 \text{ M}$ 

Vzorek	1	2	3	4	5	6
Koncentrace	$C_0$	$C_0/2$	C <sub>0</sub> /4	C <sub>0</sub> /8	C <sub>0</sub> /16	C <sub>0</sub> /32

• *Koncentrační závislost* relaxační doby zpracujte graficky ve formě závislosti  $R 1 \equiv \frac{1}{T_1}(c)$  a diskutujte ji s ohledem na teoretickou předpověď (viz výše).

# B2) Měření spin-spinové relaxační doby signálu <sup>1</sup>H v roztocích s proměnnou koncentrací CuSO<sub>4</sub> metodou spinového echa

- Na vzorku č. 1 nalezněte signál spinového echa (SE) a nastavte optimální excitační podmínky pro (π/2, π) echo. Využijte výsledků úkolu A3. Základní vzdálenost excitačních pulzů nastavte t<sub>12</sub> = 300 μs. Ostatní parametry volte jako v úkolu A3. Přesvědčte se, že zpoždění maxima signálu spinového echa oproti druhému excitačnímu pulzu je posunuto o délku druhého excitačního pulzu (11 μs). Sejměte obrázek sekvence spinového echa u vzorku č.1 ("hard copy").
- Proměřte závislost amplitudy spektra signálu FID (A<sub>FFT</sub>) na odstupu t<sub>12</sub> excitačních pulzů "A", "B" v potřebném intervalu hodnot t<sub>12</sub> s ohledem na dostatek experimentálních bodů a optimalizaci doby měření. Počáteční hodnotu t<sub>12</sub> u vzorku č. 1 volte t<sub>12</sub> = 100 μs. Nastavte opakovací dobu pulzní sekvence T<sub>TRIG</sub> >> T<sub>1</sub>. U vzorku č. 1 zvolte T<sub>TRIG</sub> = 300 ms. Při měření dalších vzorků postupujte při nastavení opakovací doby sekvence obdobně jako v předcházejícím měření ad B1). Zpoždění synchronizačního pulzu C nastavte na hodnotu t<sub>12</sub> + 11 μs. Amplitudu spektra A<sub>FFT</sub> měřte z poloviny signálu SE při synchronizaci pulzem C. Experimentální závislost A<sub>FFT</sub>(t<sub>12</sub>) fitujte podle potřeby, s ohledem na vliv difúze, vztahem (A15) nebo (15) a stanovte relaxační dobu T<sub>2</sub>. Měření proveďte pro celou sérii vzorků C<sub>0</sub> C<sub>6</sub> (tab. 1).
- Srovnejte výsledky úkolů B1 a B2.