

Oddělení fyzikálních praktik při Kabinetu výuky obecné fyziky MFF UK

PRAKTIKUM IV – Jaderná a subjaderná fyzika

Úloha č. A10

Název: Studium nukleární magnetické resonance

Pracoval: Radim Pechal

dne 3. listopadu 2009

Odevzdal dne:

	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 úkol

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

Teoretický úvod

Nukleární magnetickou rezonanci rozumíme jev, kdy dochází k rezonančnímu chování mikroskopických objektů, které mají magnetický moment. V našem případě budeme zkoumat jádro izotopu vodíku ^1H . Při umístění vzorku do silného homogenního magnetického pole \mathbf{B}_0 dojde na jádrech k tzv. Larmorově precesi. Jedná se o jev, kdy se magnetické momenty jader začnou otáčet s úhlovou frekvencí ω_0 kolem magnetického pole \mathbf{B}_0 . Magnetické pole uvažujeme ve tvaru $\mathbf{B}_0 = (0, 0, B_0)$. Úhlovou frekvenci ω_0 můžeme dle [1] vyjádřit vztahem

$$\omega_0 = \gamma B_0, \quad (1)$$

kde $\gamma = 2\pi \cdot 42,512990 \text{ MHz T}^{-1}$ je tzv. gyromagnetický poměr pro protony.

Vnější magnetické pole způsobí, že se magnetický moment zorientuje ve směru \mathbf{B}_0 . To se však nestane okamžitě po zapnutí, ale po určité době. Tento jev nazýváme spin–mřížková relaxace a můžeme jej popsat vztahem

$$m_{\parallel}(t) = m_0 \left(1 - e^{-\frac{t}{T_1}}\right), \quad (2)$$

přičemž m_{\parallel} je část magnetického momentu jádra, který je rovnoběžný s polem B_0 , čas T_1 je spin–mřížková doba a m_0 je velikost magnetického momentu, ke kterému m_{\parallel} konverguje.

V případě, že vychýlíme jádra ze směru \mathbf{B}_0 pomocí druhého, nestacionárního pole \mathbf{B}_1 (radiofrekvenční), bude magnetický moment m_{\perp} kolmý k \mathbf{B}_0 nenulový. Pole \mathbf{B}_1 je mnohem slabší než \mathbf{B}_0 , ale pokud se mění s frekvencí ω_0 , dojde k rezonanci. Pak je toto pole schopno vychýlit směr magnetizace. Po zapnutí pole \mathbf{B}_1 můžeme sledovat kolmou složku magnetizace vzorku. Ta je vlivem spin–spinové relaxace dána vztahem

$$m_{\perp}(t) = m_0 e^{-\frac{t}{T_2}}, \quad (3)$$

kde m_0 je velikost kolmé složky magnetizace v čase $t = 0$ a T_2 je spin–spinová relaxační doba.

V případě zapnutí magnetického pole \mathbf{B}_1 se budou jaderné magnetické momenty stáčet s úhlovou rychlostí

$$\omega_1 = \gamma B_1, \quad (4)$$

kde B_1 je velikost magnetického pole \mathbf{B}_1 . Pokud nastavíme délku pulsu t pole \mathbf{B}_1 tak, aby platilo

$$\gamma B_1 t = \frac{\pi}{2}, \quad (5)$$

tak se jedná o tzv. $\pi/2$ puls a magnetické momenty se otočí do směru kolmého na \mathbf{B}_0 . Pak naměříme magnetizaci ve zkoumaném směru. Tohoto efektu dosáhneme také, pokud použijeme $(2k - 1)\pi/2$ puls ($k \in \mathbb{N}$). Pokud bude délka pulsu celočíselným násobkem π/ω , tak dosáhneme toho, že po skončení pulsu budou momenty zorientovány ve směru \mathbf{B}_0 a naměříme minimální magnetizaci.

Pro obecné délky pulsů bude velikost m_{\perp} při splnění podmínky na rezonanci

$$m(t) = m_0 \sin(\omega_1 t) = m_0 \sin(\gamma B_1 t), \quad (6)$$

kde t je doba trvání pulsu.

Po odeznění pulsu se momenty stáčí podle vztahu (4). Ovšem velikost externího pole není ideálně homogenní, proto se v některých místech vzorku liší, takže se liší i velikost úhlové rychlosti. To vede k postupnému rozložení magnetických momentů do všech směrů. V případě, že v nějakém okamžiku aplikujeme na vzorek π puls, otočí se směr rotace magnetických momentů (ovšem nemění se rychlost rotace). V dvojnásobném čase budou mít všechny magnetické momenty opět stejnou fázi a můžeme pozorovat tzv. spinové echo. Amplituda měřeného signálu nebude záviset na míře nehomogenity pole \mathbf{B}_0 a můžeme tak měřit spin–spinovou relaxaci, kterou můžeme přibližně popsat vztahem

$$A(t) = A_0 e^{-2\frac{t}{T_2}}, \quad (7)$$

kde A je velikost amplitudy, A_0 je velikost amplitudy v čase $t = 0$ a T_2 je měřená spin–spinová doba.

Měření probíhá tak, že vzorek umístíme do cívky. Při změně magnetického momentu můžeme sledovat změnu napětí naindukované na cívce, ve které je vzorek umístěn. Získaná data zpracováváme pomocí osciloskopu, který je připojen k osobnímu počítači.

Výsledky měření

Nejdříve jsem nastavoval optimální podmínky excitačního pulsu FID ^1H . Nastavil jsem délku $\pi/2$ pulsu na hodnotu $t_{\pi/2} = 6 \mu\text{s}$. Tento puls je znázorněn v grafu 7. Dále jsem pohyboval vzorkem a hledal jsem místo, kde je magnetické pole nejvíce homogenní. To odpovídalo okamžiku, kdy byl pokles signálu nejmenší. Frekvenci jsem nastavil na hodnotu

$$f_0 = 18,309 \text{ MHz},$$

postupoval jsem tak, že jsem sledoval Fourierův obraz signálu FID. Frekvenci jsem nastavil tak, aby se maximum nabývalo v nule. Dané spektrum je znázorněno v grafu 6. Dále jsem nastavil trigrovací dobu $T = 60 \mu\text{s}$, kterou jsem určil z mrtevé doby. Ta je znázorněna v grafu 8. Výsledný FID signál jsem znázornil v grafu 9.

Měřil jsem závislost amplitudy signálu FFT A_{fft} na trigrovací době T_{trig} . Naměřená data jsem zapsal do tabulky 1. Data jsem fitoval pomocí programu GNUplot vztahem (2). Určil jsem

$$T_1 = (54,2 \pm 1,3) \text{ ms}.$$

T_{trig} [ms]	A_{fft} [au]	T_{trig} [ms]	A_{fft} [au]
3	0,00261	60	0,02756
5	0,00470	70	0,03002
7	0,00563	90	0,03291
10	0,00836	120	0,03745
13	0,00993	150	0,03875
16	0,01217	200	0,04137
20	0,01373	250	0,04252
30	0,01853	300	0,04240
40	0,02234	500	0,04289
50	0,02559	700	0,04322

Tabulka 1: Závislost amplitudy FID signálu na trigrovací době.

Vzhledem k naměřeným údajům jsem pro další měření volil trigrovací dobu $T_{\text{trig}} = 300 \text{ ms}$.

Dále jsem měřil závislost amplitudy signálu FID na době excitačního pulzu τ . Postupoval jsem tak, že jsem našel minima signálu. Nalezená minima jsem zapsal do tabulky 2. Naměřená data

jsem proložil přímkou a určil směrnici τ/k . Uvážením, že funkce sinus nabývá nulové hodnoty v případě, že se argument rovná $k\pi$, kde $k \in \mathbb{N}$, může úpravou (6) vypočítat B_1 vztahem

$$B_1 = \frac{k\pi}{\tau\gamma}. \quad (8)$$

Pomocí proložení dat jsem získal hodnotu $\tau/k = (12,32 \pm 0,09) \mu\text{s}$. S využitím vztahu (8) jsem dopočítal

$$B_1 = (1,909 \pm 0,013) \text{ mT}.$$

k	$\tau [\mu\text{s}]$
1	11
2	24
3	35
4	48
5	60
6	73
7	85

Tabulka 2: Nulové body amplitudy signálu FID.

Následně jsem studoval tzv. spinové echo. Nejdříve jsem poslal dva impulsy s prodlevou $t = 600 \text{ ms}$ (viz. graf 10) a měřil jsem chování FID signálu, které jsem zaznamenal do grafu 11. Pak jsem proměřil závislost velikosti amplitudy spinového echa na prodlevě impulsů t , kterou jsem zapsal do tabulky (3). Závislost jsem proložil vztahem (7), zjistil jsem parametry

$$A_0 = (0,112 \pm 0,002) \text{ au},$$

$$T_2 = (2,46 \pm 0,07) \text{ ms},$$

a proloženou závislost jsem znázornil v grafu 3.

$A_{\text{fft}} [\text{au}]$	$t [\text{ms}]$
0,5	0,07766
0,6	0,06928
0,7	0,06325
0,9	0,05295
1,1	0,04465
1,3	0,03826
1,5	0,03218
1,8	0,02619
2,1	0,02117
2,5	0,01607
3,5	0,00869
4,5	0,00529
5,5	0,00308
6,5	0,00206

Tabulka 3: Závislost amplitudy spinového echa na vzdálenosti pulsů.

Dále jsem sledoval proces koherentní sumace. Prováděl jsem celkem 8 měření pro 2, 4, 10, 30, 50, 80, 100 a 200 sumací. Naměřená data jsem znázornil v grafu 4. Pro lepší srovnání je k amplitudám Fourierovy transformace naměřených dat přičtena konstanta. Střední hodnota amplitudy Fourierovy transformace šumu se při koherentní sumaci snižuje úměrně $1/\sqrt{N}$, kde N je počet sumací. Z naměřených dat jsem určil střední hodnotu Fourierovy transformace šumu. Hodnoty jsem zapsal do tabulky (4) a znázornil v grafu 5 proložené vztahem $\tilde{A}_{\text{fft}} = A/(B \cdot \sqrt{N}) + C$.

N	$1/\sqrt{N}$	\tilde{A}_{fft} [au]
2	0,71	$0,00040 \pm 0,00016$
4	0,50	$0,00028 \pm 0,00010$
10	0,32	$0,00016 \pm 0,00006$
30	0,18	$0,00009 \pm 0,00004$
50	0,14	$0,00007 \pm 0,00003$
80	0,11	$0,00005 \pm 0,00002$
100	0,10	$0,00005 \pm 0,00003$
200	0,07	$0,00003 \pm 0,00001$

Tabulka 4: Závislost střední hodnoty Fourierova obrazu šumu na počtu koherentních sumací.

Diskuse výsledků

Měření závislosti amplitudy FID signálu na trigrovací době dobře vyhovoval fitovaný vztah (2). Z grafu 1 jde dobře vidět, že pro hodnoty od 250 ms dochází k velmi malému růstu amplitudy. Proto jsem používal jako trigrovací dobu hodnotu $T_{\text{trig}} = 300$ ms. V případě vyšší trigrovací doby bych dosáhl zanedbatelně lepších výsledků za cenu neúměrného prodlužování měření. Hodnoty amplitudy Fourierovy transformace uvádím v relativních jednotkách au.

Při určování hodnoty B_1 jsem využil lineární závislosti vztahu (8). Jak jde vidět v grafu 2, tak tyto hodnoty opravdu dobře odpovídají očekávané závislosti. Obdobně jsem postupoval i při studiu spinového echa. V grafu 3 je vidět, že exponenciální závislost A dobře odpovídala naměřeným hodnotám.

Při studiu koherentní sumace jsem se zaměřil na závislost velikosti šumu na počtu sumací. Měřil jsem závislost amplitudy fourierovy transformace měřeného signálu na frekvenci (graf 4). Z těchto dat jsem vybral 60 hodnot pro frekvence v rozsahu $(-79,834, -43,823)$ Hz, kde je signál dostatečně malý a naměřené hodnoty můžu pokládat za šum. Z těchto hodnot jsem určil střední hodnotu šumu a statistickou chybu střední hodnoty. Naměřenou závislost jsem fitoval vztahem $\tilde{A}_{\text{fft}} = A/(B \cdot \sqrt{x}) + C$. Hodnoty A a B jsou ve vztahu pouze kvůli převedení na stejné jednotky (amplituda \tilde{A}_{fft} je měřena v relativních jednotkách). Hodnota C dosahuje po nafitování velmi malých hodnot $\approx 10^{-5}$, ovšem bez této pomocné konstanty program GNUplot nezládal fitovat naměřená data, proto jsem jej musel použít. Z grafu 5 je patrné, že naměřená závislost odpovídá teoretické závislosti $1/\sqrt{N}$.

V grafech 1 až 3 neuvádím chyby měření. Předpokládám, že použitý osciloskop měří s dostatečně malou chybou měření. Nepřesnosti byly pravděpodobně dány náhodnými vlivy. Pro dosažení přesnějších výsledků a určení chyby měření by bylo potřeba provádět měření opakovaně a data statisticky zpracovat.

Ke všem fitováním jsem používal program GNUplot v. 4.2, která zohledňuje chyby měření fitovaných veličin, což jsem ocenil zvláště při studiu závislosti střední hodnoty fourierova obrazu šumu na počtu koherentních sumací.

Závěr

Podařilo se mi nalézt vhodné excitační podmínky signálu FID ^1H pro vzorek pryže. Vhodným excitačním podmínkám odpovídala frekvence $f_0 = 18,309$ MHz.

Změřil jsem závislost amplitudy FID signálu na trigrovací době. Naměřená data jsem zapsal do tabulky 1 fitoval pomocí vztahu (2). Závislost jsem znázornil v grafu 1. Pomocí fitu jsem určil

$$T_1 = (54,2 \pm 1,3) \text{ ms} .$$

Z lineární závislosti nulových bodů amplitudy FID signálu jsem určil

$$B_1 = (1,909 \pm 0,013) \text{ mT} .$$

Naměřené hodnoty této závislosti jsem zapsal do tabulky 2 a znázornil v grafu 2.

Ze závislosti amplitudy spinového echa na vzdálenosti pulsů jsem určil

$$A_0 = (0,112 \pm 0,002) \text{ au},$$

$$T_2 = (2,46 \pm 0,07) \text{ ms}.$$

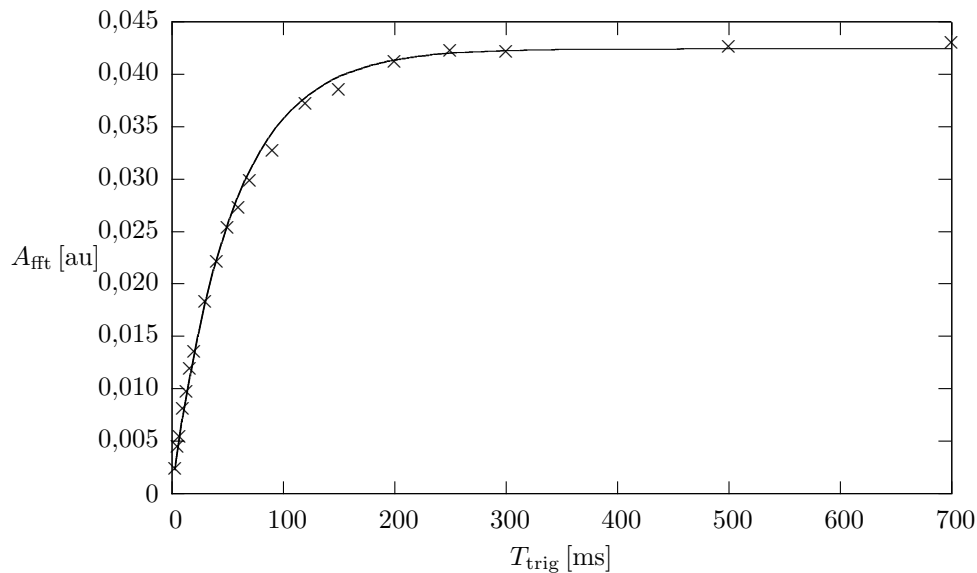
Data jsou zapsány v tabulce 3 a znázorněny v grafu 3.

Při studiu koherentní sumace jsem proměřil signál pro různé počty sumací. Tyto měření jsou znázorněny v grafu 4. Dále jsem určoval jak závisí velikost šumu na počtu sumací. Vypočítané střední hodnoty amplitudy fourierovy transformace šumu jsem zapsal do tabulky 4. Potvrdilo se, že šum klesá podle vztahu $1/\sqrt{N}$, kde N je počet sumací. výsledná závislost je v grafu 5.

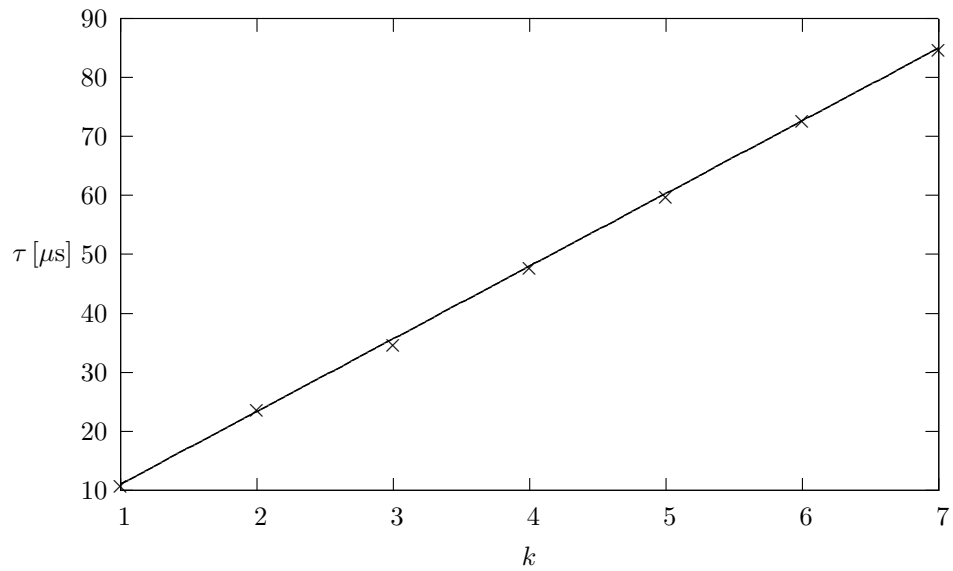
Seznam použité literatury

- [1] *Studijní text: Studium nukleární magnetické resonance*
http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt_410.pdf, listopad 2009.

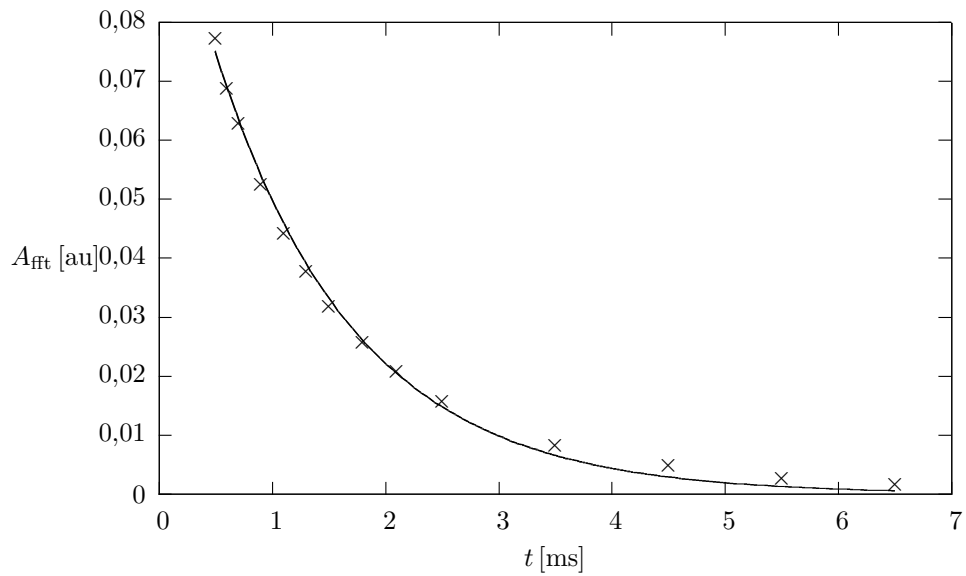
Grafy



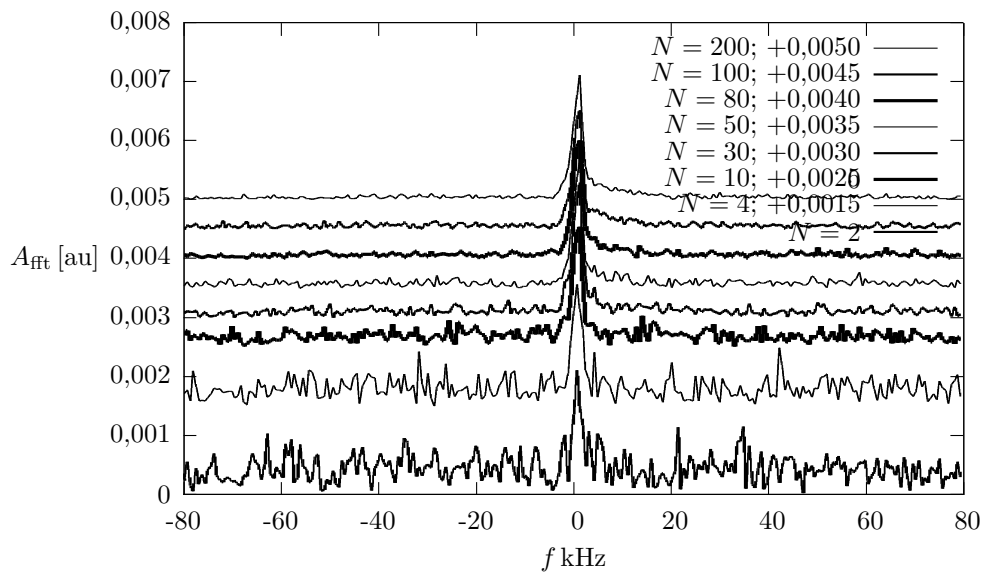
Graf 1: Závislost amplitudy FID signálu na trigovací době.



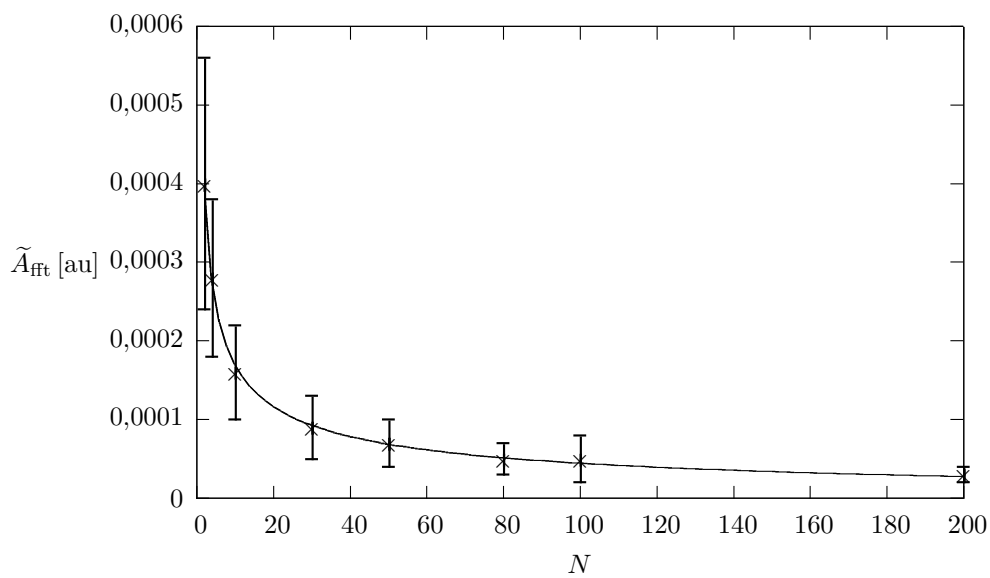
Graf 2: Nulové body amplitudy signálu FID.



Graf 3: Závislost amplitudy spinového echa na vzdálenosti pulsů.



Graf 4: Studium koherentní sumace.



Graf 5: Závislost střední hodnoty Fourierova obrazu šumu na počtu koherentních sumací.