

Ćwiczenie 10

Badanie protonowego rezonansu magnetycznego



Rys. 1 Układ pomiarowy.

1. Wprowadzenie teoretyczne

Jedną z podstawowych własności jądra atomowego jest jego moment pędu. Naukowcy w trakcie badań zaobserwowali dziwne rozszczepienie linii widmowych atomów. Rozszczepienie to było bardzo drobne. Obserwowany fakt został nazwany nadsubtelną strukturą widm atomowych. Tłumacząc ten efekt Wolfgang Paul stwierdził, że nadsubtelna struktura widma jest spowodowana występowaniem *spinu jądra atomowego*.

Będące związane wewnątrz jądra nukleony (protony i neutrony), podobnie jak elektrony, mają własny moment pędu. Moment ten nazywany jest spinem. Szczególny przypadek to proton. Proton, podobnie jak inne jądra o nieparzystej liczbie nukleonów, charakteryzuje się nie skompensowanym spinem. Spin jest to własny moment pędu cząstki, utożsamiany nieraz, dla uproszczenia rozumowania przez klasyczną analogię, z obracaniem się wokół własnej osi.

Proton posiada stowarzyszony ze spinem moment magnetyczny. Można to poglądowo uzasadnić tym, że posiada on pewien ładunek, który wirując staje się, podobnie jak przewodnik z prądem, źródłem pola magnetycznego.

Z drugiej strony nukleony poruszają się w jądrze. Ruch ten powoduje, że nukleony mają pewien orbitalny moment pędu. Tak więc całkowity wektorowy moment pędu

nukleonu jest równy wektorowej sumie spinu (S) i orbitalnego momentu pędu (L):

$$\vec{j} = \vec{S} + \vec{L} \quad (1)$$

Możemy teraz zsumować całkowite momenty pędu nukleonów, dzięki czemu otrzymujemy moment pędu jądra (M_J):

$$\vec{M} = \sum \vec{j} \quad (2)$$

Rzut wektora J na kierunek zewnętrznego pola magnetycznego nazywamy spinem jądra. Jest on wyrażany w jednostkach $\hbar = h/2\pi$ przy czym jego wartość nie jest zawsze wielokrotnością 1/2 \hbar . Przykładowo w stanie podstawowym:

1. dla parzystej liczby atomowej spin jądrowy jest całkowity:
 ${}^{14}_7N$ $A = 14$ 7 protonów 7 neutronów
2. dla nieparzystej liczby atomowej spin jądrowy jest spin połówkowy:
 ${}^{19}_9F$ $A = 19$ 9 protonów 10 neutronów
3. dla parzystej liczby protonów i neutronów spin jądrowy jest spin zerowy:
 ${}^{12}_6C$ $A = 12$ 6 protonów 6 neutronów

Moment magnetyczny wiąże się z momentem pędu zależnością:

$$\vec{\mu}_B = \gamma \vec{J} \quad (3)$$

Z kolei siła związana z występowaniem momentu magnetycznego (3) w polu o indukcji B wywołuje zmiany momentu pędu, które można opisać równaniem :

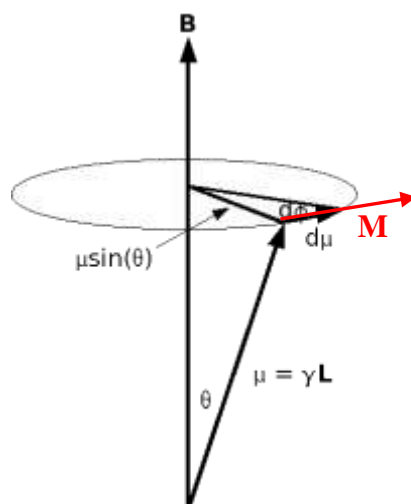
$$\vec{M} = \frac{d\vec{J}}{dt} = \vec{\mu}_B \times \vec{B} \quad (4)$$

Korzystając z równań (3) i (4) otrzymujemy równanie Blocha w postaci:

$$\frac{d\vec{\mu}_B}{dt} = \gamma \vec{\mu}_B \times \vec{B} \quad (5)$$

Moment siły \vec{M} jest przyczyną pojawienia się zjawiska precesji tzn. obrotu wektora $\vec{\mu}_B$ wokół osi wyznaczonej przez kierunek wektora indukcji pola magnetycznego \vec{B} (Rys. 2). Zakładając, że precesja następuje w stożku o kącie rozwarcia 2θ (Rys.2), wektor przesunięcia momentu magnetycznego w precesji można zapisać jako:

$$d\mu_B = \mu_B \sin(\theta) d\phi \quad (6)$$



Rys. 2 Stożek Larmora
<http://chem4823.usask.ca/nmr/larmor.gif>

Gdzie $d\varphi$ jest różniczkowym kątem obrotu podczas wykonywania precesji.
 Związek pomiędzy zmianą kąta $d\varphi$ a częstością kątową.

$$\frac{d\varphi}{dt} = \omega \quad (7)$$

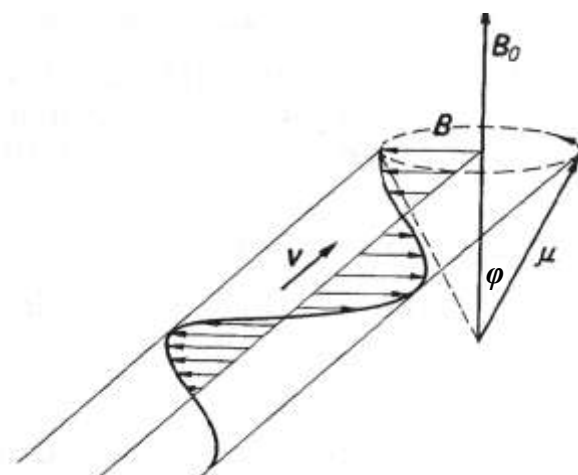
W celu wyznaczenie częstości Larmora wykorzystujemy zależności (5)-(7)

$$\omega = \frac{d\mu_B}{\mu_B \cdot \sin \varphi dt} = \gamma |\vec{\mu}_B \times \vec{B}| \frac{1}{\mu_B \sin \varphi} = \gamma \frac{\mu_B B \sin \varphi}{\mu_B \sin \varphi} = \gamma B$$

Otrzymujemy zależność na częstość Larmora:

$$\vec{\omega} = \gamma \vec{B} \quad (9)$$

Jeśli częstość precesji (częstość Larmora) stanie się zgodna z częstością zewnętrznego zmiennego pola magnetycznego, to spełnione będą warunki sprzyjające przekazywaniu energii, więc zostaną spełnione warunki dla rezonansu.



Rys. 3 Obrazowe przedstawienie absorpcji promieniowania

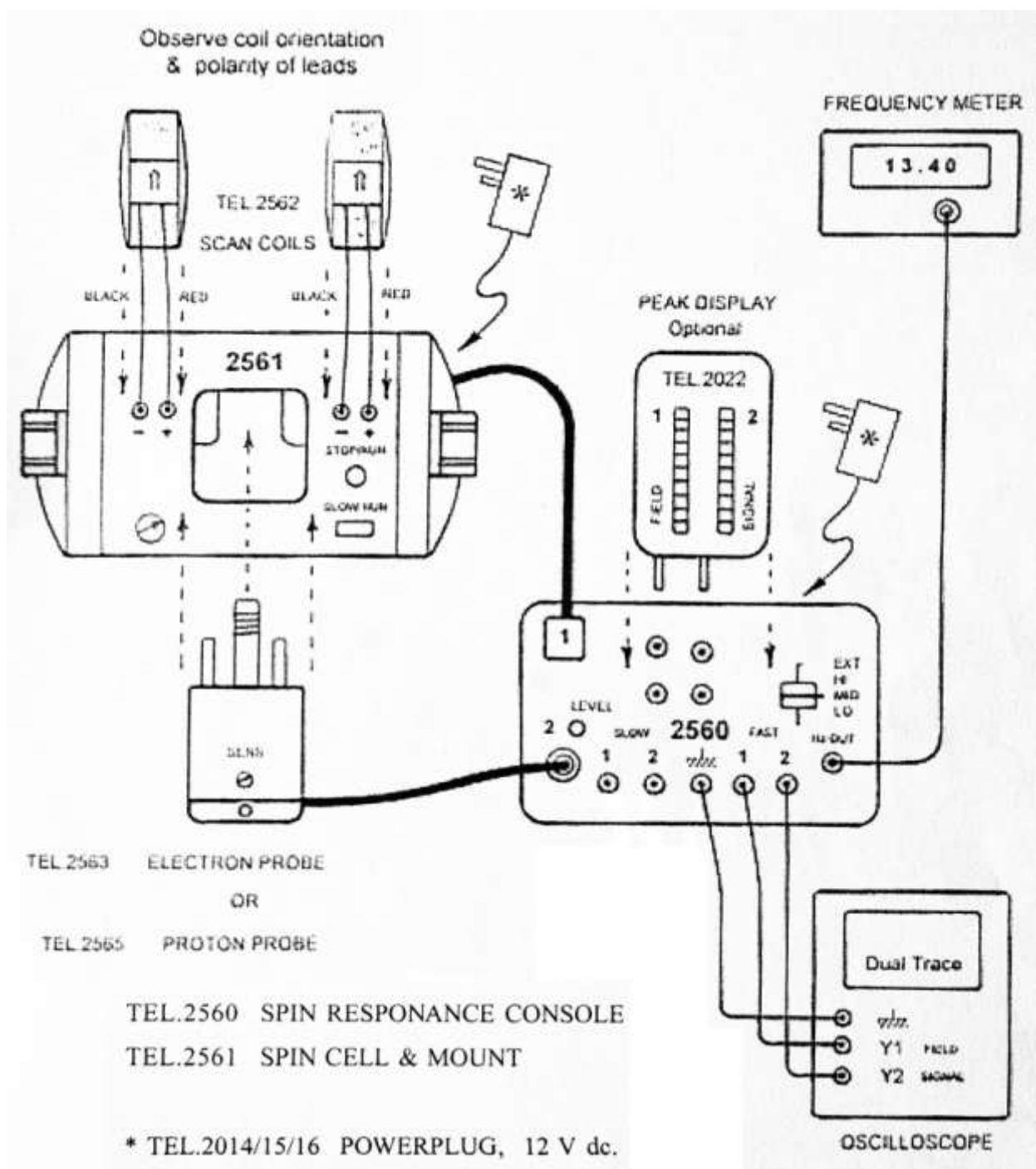
<http://www.mif.pg.gda.pl/homepages/bzyk>

Dla różnych izotopów wartość częstotliwości Larmora a zarazem częstotliwości rezonansowej będzie inna. Na podstawie pomiarów tej częstotliwości możliwa jest identyfikacja danej substancji.

W trakcie analizy sygnału należy oczywiście wziąć pod uwagę szereg innych parametrów poza tymi wynikającymi z wyprowadzenia częstotliwości Larmora, m.in. tzw. przesunięcie chemiczne. W celu rozszerzenia wiedzy na temat zagadnienia należy zapoznać się z literaturą tematyczną (np. „Wstęp do spektroskopii rezonansów magnetycznych” Jan Stankowski, Wojciech Hilczer, Warszawa, Wydawnictwo Naukowe PWN) oraz z oryginalną instrukcją do ćwiczenia dostępną w pracowni nr 19.

2. Montaż układu pomiarowego

W celu przeprowadzenia doświadczenia magnetycznego rezonansu protonów należy sprawdzić, czy układ pomiarowy jest zmontowany zgodnie ze schematem zamieszczonym na Rys. 4.



Rys. 4 Schemat układu pomiarowego.

Jarzmo magnesu TEL.2564 należy przesunąć w taki sposób aby cewki magnetyczne TEL.2562 znalazły się po obu stronach komory zawierającej próbkę (patrz Rys. 5). Należy sprawdzić, czy ułożenie strzałek na cewkach pokrywa się z ułożeniem strzałek

naniesionych na jednostkę główną TEL.2561. Przewody zasilające cewkę należy podłączyć zgodnie z kolorami zaznaczonymi na jednostce głównej TEL.2561.



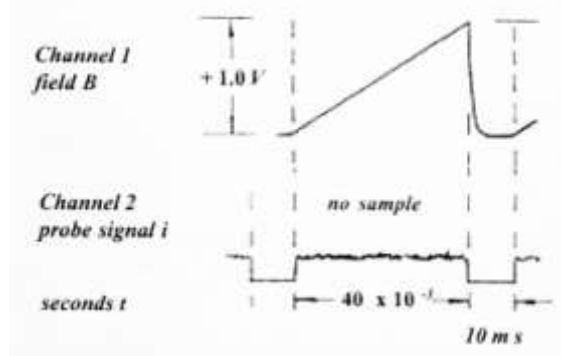
Rys.5 Jednostka główna TEL.2561 z prawidłowo podłączonymi magnesami.

Następnie należy umieścić sondę oznaczoną PROTON PROBE TEL.2565 w taki sposób, aby przewód łączący ją z jednostką TEL.2560 skierowany był ku dołowi.

Ustawienia początkowe:

1. Miernik uniwersalny należy ustawić na pomiar częstotliwości.
2. Włączyć zasilanie do obu jednostek. Na jednostkach TEL.2560, 2561 oraz 2565 powinna zapalić się czerwona dioda LED.
3. Na jednostce TEL.2560 suwak oznaczony Hz ustawić w położeniu MID.
4. Na sondzie TEL.2565 przekręcić pokrętkę potencjometru maksymalnie w kierunku przeciwnym do wskazówek zegara.
5. Miernik uniwersalny powinien wskazywać wartość ok. 13 [kHz] (częstotliwość sondy).
6. Włączyć i ustawić oscyloskop na ustawienia na obu kanałach:
 - 0,2 [V] na działkę,
 - podstawa czasu 5 [ms],
 - source - Channel 1,
 - Coupling - DC.

Na ekranie oscyloskopu powinien być widoczny obraz jak na Rys. 6.

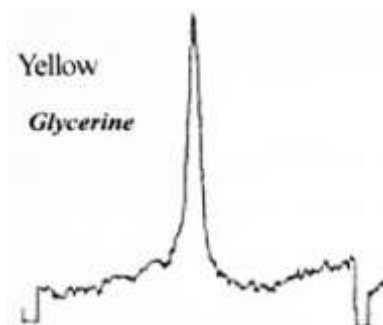


Rys. 6 Kształt krzywych wyświetlanych na ekranie oscyloskopu.

3. Wyznaczanie krzywej rezonansowej

3.1 Wyznaczanie krzywej rezonansowej dla gliceryny

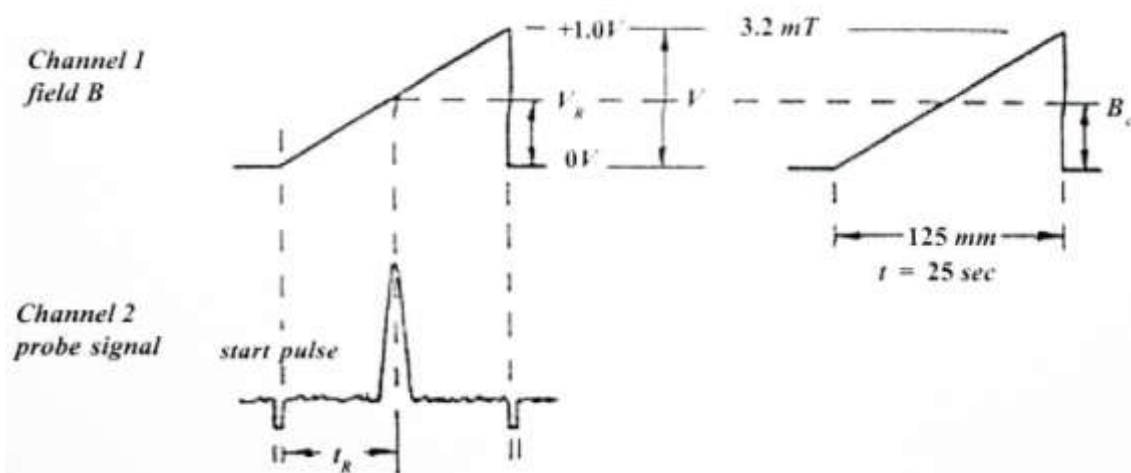
Delikatnie umieść próbkę oznaczoną kolorem żółtym – glicerynę, w otworze znajdującym się w tylnej części jednostki pomiarowej. Przy pomocy potencjometru zwiększaj czułość urządzenia przekręcając pokrętkę zgodnie z ruchem wskazówek zegara aż do momentu, kiedy dioda na jednostce TEL.2560 będzie przygasła. Na ekranie oscyloskopu powinien być widoczny pik rezonansowy charakterystyczny dla gliceryny (patrz Rys. 7) związany z obecnością 8 jąder wodoru w jej cząsteczce.



Rys. 7 Pik rezonansowy dla gliceryny.

Jeżeli pik nie jest widoczny należy wyjąć próbkę, a następnie obrócić o 180 stopni sondę TEL.2565. W dalszej kolejności trzeba umieścić próbkę w otworze pomiarowym i przy pomocy zewnętrznego potencjometru należy regulować potencjometr oznaczony jako FREQ aż do ustawienia częstotliwości sondy tak, aby pojawił się pik rezonansowy. W razie potrzeby dopasować czułość sondy przy użyciu drugiego potencjometru.

W celu zwiększenia intensywności sygnału należy zwolnić trzpienie mocujące cewkę. Kiedy sygnał będzie wyraźny należy odczytać wartości charakterystyczne dla przebiegu krzywej rezonansowej (patrz Rys. 8) oraz wartość częstotliwości, przy której zaobserwowano rezonans.



Rys. 8 Wartości charakterystyczne dla przebiegu krzywej rezonansowej.

Wymień próbkę zawierającą glicerynę na pustą próbkę, którą oznaczono kolorem czarnym. Zaobserwuj zanik piku rezonansowego. Możliwe jest pojawienie się małego piku związanego z rezonansem jąder wodoru w materiale, z którego zbudowana jest

obudowa cewek.

3.2 Wyznaczanie krzywej rezonansowej dla PTFE

Umieść w komorze pomiarowej próbkę oznaczoną kolorem zielonym - PTFE (politetrafluoroetylen - teflon) i przeprowadź pomiary powtarzając powyższy schemat. Pik dla PTFE wygląda inaczej niż dla gliceryny (patrz Rys. 9) ze względu na obecność 8 jąder fluoru.



Rys. 9 Pik rezonansowy dla PTFE.

4. Wylizanie wartości strumienia indukcji magnetycznej

Całkowity strumień magnetyczny jest superpozycją wartości indukcji pochodzącej od cewek magnetycznych oraz od magnesu stałego Zeemana.

4.1 Pole związane z cewkami magnetycznymi

Obwód w jednostce centralnej jest zasilany liniowo zmieniającym się natężeniem od 0 do 250 [mA], co przekłada się na liniową zmianę indukcji pola magnetycznego od 0 do 3,2 [mT]. Poszczególne punkty charakterystyczne zostały oznaczone na Rys. 7. Dla tych danych otrzymujemy:

$$B_c = \frac{V_R}{V} \cdot 3,2 [mT] \text{ lub } B_c = \frac{t_R}{t} \cdot 3,2 [mT], \text{ gdzie } V=1[V] \text{ a dla ustawienia:}$$

- FAST mode: $t=40$ [ms]
- SLOW mode: $t=25$ [s]

4.2 Pole związane z magnesem stałym

Wartość indukcji magnetycznej magnesu stałego jest stała dla danej temperatury i zależy od materiału z jakiego został on wykonany. Dla badanego magnesu indukcja ta wynosi w temperaturze 20°C $B_{20}=300$ [mT], a współczynnik zmiany wartości indukcji pola wraz z temperaturą wynosi 0,075%/°C. Zgodnie z tym wartość indukcji pola w danej temperaturze można wyliczyć ze wzoru:

$$B_z = B_{20}[1 - (t_z - 20) \cdot 7,5 \cdot 10^{-4}], \text{ gdzie } t_z \text{ jest temperatura mierzona w pobliżu magnesu.}$$

3. Sumaryczna wartość indukcji pola magnetycznego

Sumaryczna wartość indukcji pola dana jako superpozycja pól wynosi:

$$\bar{B} = \bar{B}_c + \bar{B}_z$$

5. Wyznaczanie częstotliwości rezonansowej

Teoretyczna wartość częstotliwości rezonansowej może zostać wyliczona na podstawie wielkość sumarycznej indukcji pola magnetycznego ze wzoru.

$$\nu = B \cdot 42,5771 \text{ [MHz]}$$

6. Podsumowanie wyników pomiaru

Wyniki pomiarów i obliczeń należy wpisać do tabel dla obu próbek w postaci:

Wielkość	t_R	t	t_R/t	V_R	B_C	B	ν_t
Jednostka/ Próbka	[s]	[s]	[s]	[V]	[T]	[T]	[Hz]
Gliceryna							
Telfon							

7. Niepewności pomiarowe

Zastanów się, z czego wynikają niepewności pomiarowe, którymi obarczone są mierzone i wyznaczane w ćwiczeniu wielkości.