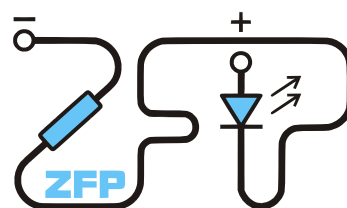


Kabinet výuky obecné fyziky, UK MFF

Fyzikální praktikum IV



Atomovka



Úloha č. A10 a)

Název úlohy: pulsní metoda NMR

Jméno: Josef Iosephus Kučera

Datum měření: 30. 11. 2021

Připomínky opravujícího:



| | Možný počet bodů | Udělený počet bodů |
|-----------------------------|------------------|--------------------|
| Theoretická část | 0–2 | |
| Výsledky a provedení měření | 0–9 | |
| Diskuse výsledků | 0–4 | |
| Závěr | 0–1 | |
| Použité knižstvo | 0–1 | |
| Celkem | max. 17 | |

Posuzoval:



dne:



Pracovní úkol

1. Nastavení optimálních excitačních podmínek signálu FID 1H ve vzorku pryže, stanovení spin mřížkové relaxační doby T_1
2. Měření závislosti amplitudy signálu FID jader 1H ve vzorku pryže na délce excitačního pulsu, určení velikosti amplitudy radiofrekvenčního pole B_1 .
3. Studium signálu ($\pi/2$; π) spinového echa jader 1H ve vzorku pryže, stanovení spin spinové relaxační doby T_2
4. Studium procesu koherentní sumace, zlepšování poměru signál/šum, ověření základních zákonitostí (kvalitativně, kvantitativně)

Theorie

Úvod

Nukleární magnetická resonance (NMR) je děj, při kterém dochází k rezonančnímu chování mikroskopických částic (např. jader atomů) s magnetickým momentem $\vec{\mu}$. Umístěním takové částice do homogenního magnetického pole \vec{B}_0 začne magnetický moment vykonávat precesi kolem směru magnetického pole.

Pro tuto precesi platí [1]

$$\vec{\omega}_0 \gamma = \vec{B}_0 \quad (1)$$

kde γ označuje tzv. gyromagnetický poměr.

V látce dochází k interakci jednotlivých jader a vektor magnetizace M se nezkolimuje s vnějším polem \vec{B}_0 okamžitě, ale dochází k tzv. spin-mřížkové relaxaci, kterou popisujeme vztahem [1]

$$M_{\parallel} = M_0 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{T_1}\right) \right) \quad (2)$$

kde M_{\parallel} je složka rovnoběžná s polem \vec{B}_0 a T_1 je spin-mřížková relaxační doba.

Pokud na zrelaxovaný vzorek pustíme další nestacionární magnetické pole \vec{B}_1 kolmé na \vec{B}_0 , vychýlíme vzorek ze směru \vec{B}_0 a složka magnetizace M_{\perp} kolmá na \vec{B}_0 bude nenulová. Vlivem spin-spinové interakce dochází i zde k relaxaci a pro tuto složku magnetizace platí [1]

$$M_{\perp} = M_0 \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right) \quad (3)$$

kde T_2 představuje tzv. spin-spinovou relaxační dobu.

Jaderné magnetické momenty se pod vlivem pole \vec{B}_1 stáčíjí v **korodující** soustavě s úhlovou rychlostí [1]

$$\vec{\omega}_1 = \gamma \vec{B}_1 \quad (4)$$

Pole \vec{B}_1 je řádově slabší oproti poli \vec{B}_0 , aby mělo vliv na výslednou **netisaci** jest třeba, aby úhlová rychlost ω_1 splňovala podmínku rezonance. Proto se tato **úloha** jmenuje nukleární magnetická **resonance**.

Moderní experimenty dále využívají tzv. pulsní metodu NMR, kde pole \vec{B}_1 excituje vzorek pouze po určenou dobu délky pulsu τ_m .

Měřená **amplituda** bude na úhlové rychlosti a délce pulsu záviset podle [1]

$$A = |A_0 \sin(\omega_1 \tau_m)| \quad (5)$$

pro frekvenci a délku pulsu tak musí platit [1]

$$\omega_1 \tau_m = \frac{\pi + 2\pi k}{2}, \quad k \in \mathbb{Z} \quad (6)$$

Takovému pulsu říkáme **$\pi/2$ puls**. Aplikací π pulsu v čase t_w po $\pi/2$ pulsu dojde v čase $2t_w$ ke koherenci a vzniku tzv. spinového echa, pro jehož maximální amplitudu platí [1]

$$A(t_w) = A_0 \exp\left(-\frac{2t_w}{T_2}\right) \quad (7)$$

To umožňuje měření spin-spinové relaxační doby.

Při měření se využívá tzv. koherentní sumace pro odstranění šumu. Průměrováním signálu dochází k odstraňování šumu který má jako náhodná veličina střední hodnotu rovnou nule. Platí, že rozptyl šumu závisí na počtu průměrování jako [1]

$$\sigma \approx \frac{1}{\sqrt{N}} \quad (8)$$

Výsledky měření

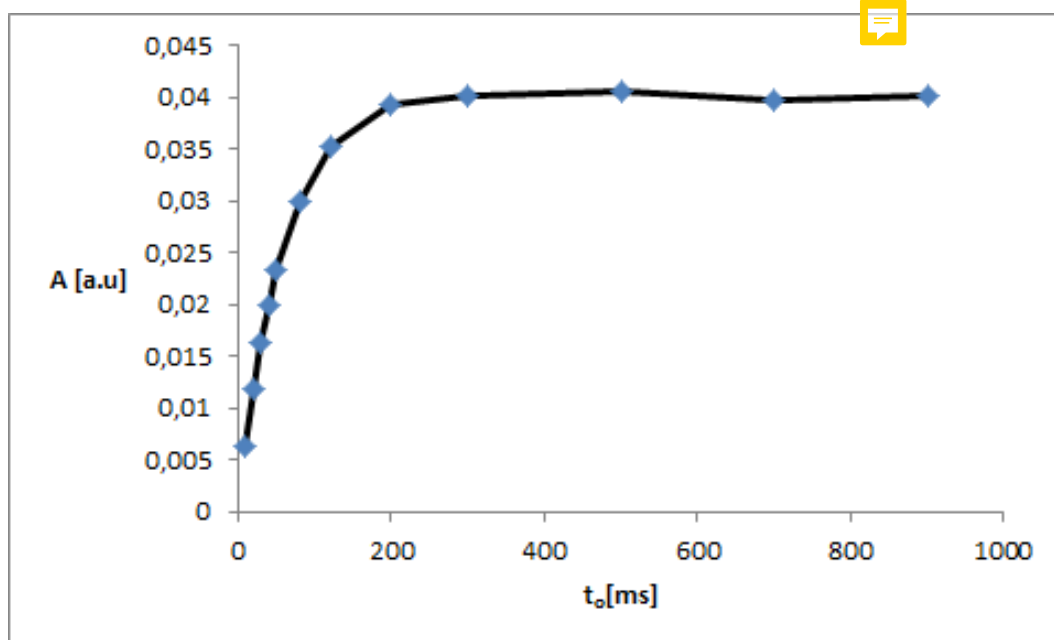


Pro čas T_1 jsme naměřili následující data, kde a.u jsou tzv. atomové jednotky, kde konstanty položíme rovny 1, aby se nám dobře počítalo:

| t_0 [ms] | A [a.u] |
|------------|---------|
| 10 | 0,00639 |
| 20 | 0,01191 |
| 30 | 0,01628 |
| 40 | 0,01987 |
| 50 | 0,02342 |
| 80 | 0,02998 |
| 120 | 0,03536 |
| 200 | 0,03924 |
| 300 | 0,04024 |
| 500 | 0,04067 |
| 700 | 0,03982 |
| 900 | 0,04023 |

Tab.1: Data pro čas T_1

Ta si můžeme nechat vynést do Grafu 1:



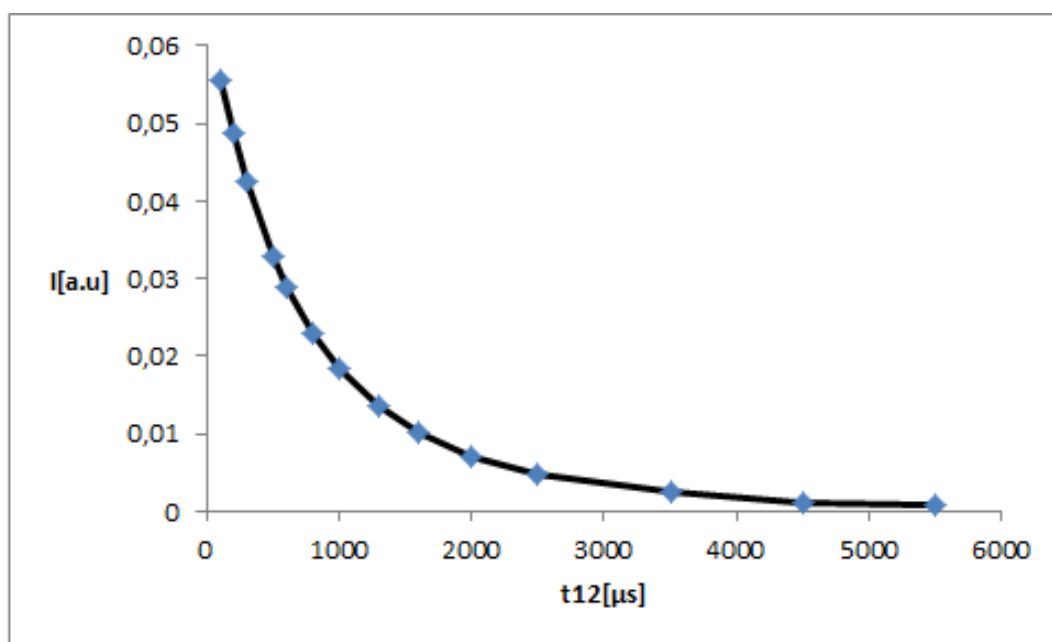
Graf.1: Graf pro čas T_1

Pro čas T_2 jsme naměřili následující data:

| $t_{12}[\mu\text{s}]$ | $I[\text{a.u}]$ |
|---|-----------------|
| 100 | 0,05566 |
| 200 | 0,0486 |
| 300 | 0,04261 |
| 500 | 0,03272 |
| 600 | 0,02877 |
| 800 | 0,02293 |
| 1000 | 0,01839 |
| 1300 | 0,01358 |
| 1600 | 0,01025 |
| 2000 | 0,00702 |
| 2500 | 0,00473 |
| 3500 | 0,00239 |
| 4500 | 0,00114 |
| 5500 | 0,00075 |
| 300ms opakovacka | |
| $T_1=6\mu\text{s}, T_2=11,3\mu\text{s}$ | |
| $D_1=20\mu\text{s}, D_2=t_{12}\mu\text{s},$ | |
| $D_3=t_{12}+10\mu\text{s}, D_4=20\mu\text{s}$ | |

Tab.2: Data pro čas T_2

Ta si můžeme nechat vynést do Grafu 2:



Graf.2: Graf pro čas T_2

Vidíme pěknou klesající exponenciální závislost dle vzorce (3).

Pro pulsní NMR jsme naměřili následující data:

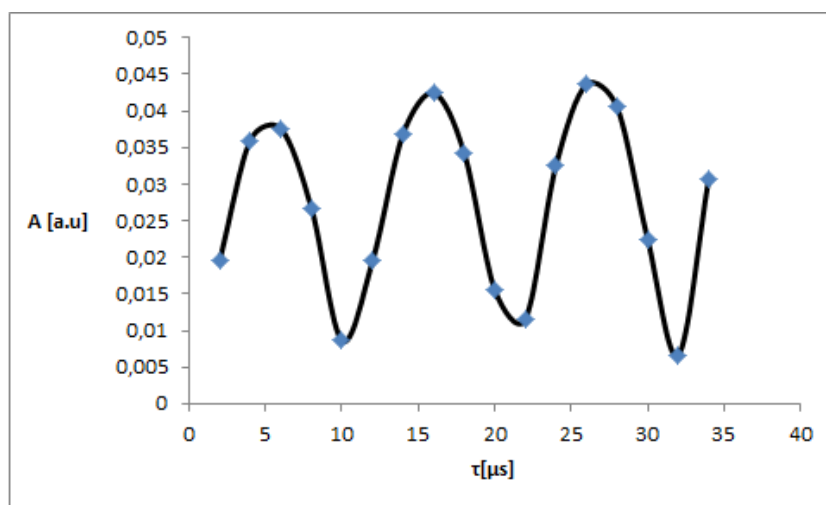
| τ [μ s] | A [a.u] |
|-------------------|---------|
| 2 | 0,01962 |
| 4 | 0,036 |
| 6 | 0,03761 |
| 8 | 0,02677 |
| 10 | 0,00862 |
| 12 | 0,0195 |
| 14 | 0,03688 |
| 16 | 0,04247 |
| 18 | 0,03425 |
| 20 | 0,01553 |
| 22 | 0,01154 |
| 24 | 0,03253 |
| 26 | 0,04367 |
| 28 | 0,04054 |
| 30 | 0,02248 |
| 32 | 0,00665 |
| 34 | 0,03072 |

opakovka 400ms

měření po 70 μ s

Tab.3: Data pro pulsní NMR

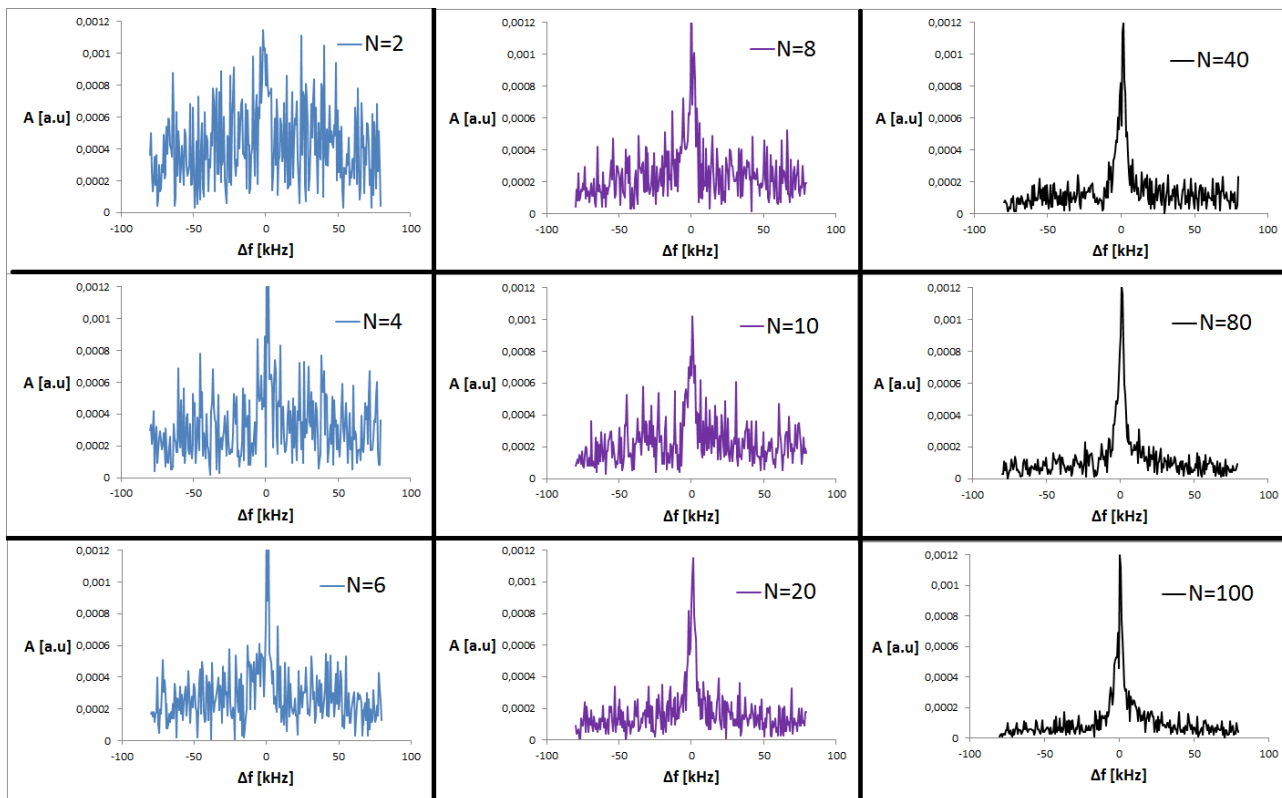
Ta si můžeme nechat vynést do Grafu 3:



Graf.3: Graf pro pulsní NMR

Odstraňování šumu

V poslední části měření jsme se jali odstraniti šum. Pro N průchodů jsme dostali následující výtěžky:



Graf.4: Výtěžky pro $N=2$ až $N=100$

Vidíme, že velikost propuštěného šumu se zmenšuje úměrně k $\frac{1}{\sqrt{N}}$ dle rovnice (8).

Diskuze

Přesnost měření mohla být snížena nehomogenitami magnetického pole permanentního podkovového magnetu. Tuto chybu jsme se ale snažili eliminovat správným vycentrováním vzorku.

Pracovali jsme s dobou opakovačky 300 případně 400 ms. Naměřené hodnoty ukazují, že dochází už jen k zanedbatelným změnám v maximální amplitudě signálu po zvýšení doby opakovačky. Dosahujeme tak podobných výsledků při prodloužení experimentálního času.

Alias “dostali jsme málo muziky za mnoho peněz”.

V poslední části experimentu jsme se zaměřili na proces koherentní sumace. Toť mocný nástroj, který při dostatečný počet sumací dokáže vyextrahovati užitečné hodnoty i v signálu se silným šumem. Rozptyl šumu dle závislosti (8) se zmenšuje jako $\frac{1}{\sqrt{N}}$.

Závěr

Kvalitativně jsme ověřili exponenciální závislosti pro časy T_1 a T_2 .

Prozkoumali jsme pulsní NMR v závislosti na době pulsu τ .

Kvalitativně jsme ověřili, že s rostoucím počtem sumací N se velikost šumu zmenšuje jako $\frac{1}{\sqrt{N}}$.

Reference

- [1] (A10a) Nukleární magnetická rezonance (NMR). [Základní fyzikální praktikum]. [online][cit. 2.12.2021]. Dostupné z: https://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_410.pdf