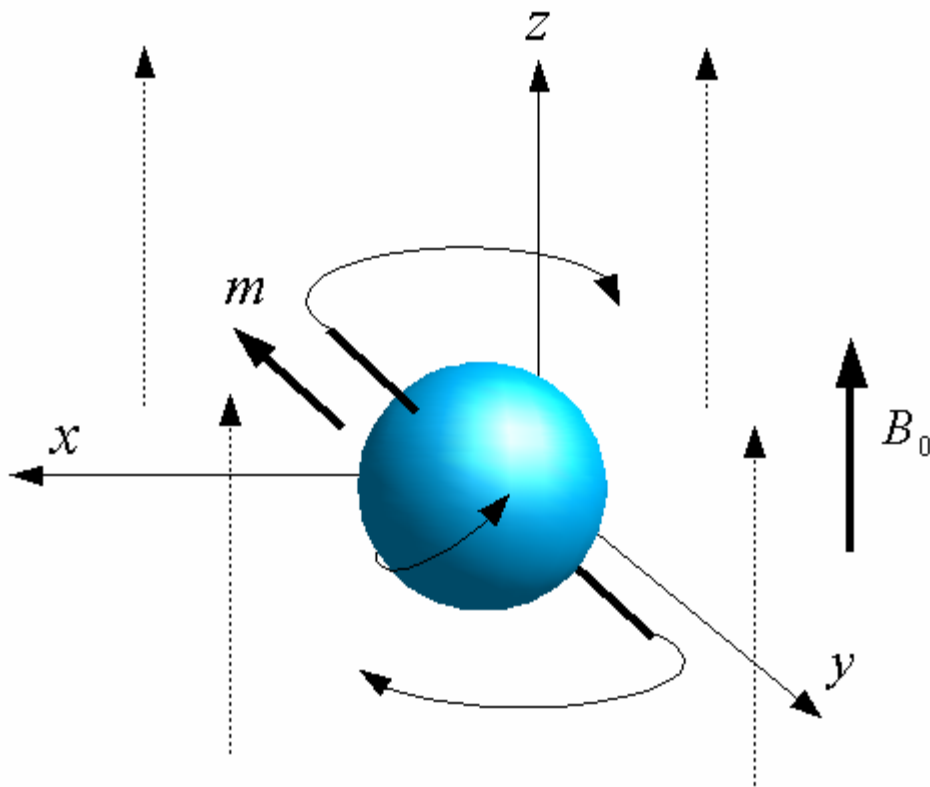


# Natuurkunde Practicum II

## Nuclear Magnetic Resonance



Door: Jiri Tik Djiang Oen  
5814685  
September 2008

## **Samenvatting**

In dit verslag is te lezen hoe NMR werkt en hoe de relaxatietijden zich verhouden tot elkaar en tot verschillende concentraties. Voor een hoge concentratie meten we een  $T_1$  van 1.6(1) ms en een  $T_2$  van 1.1(2) ms. Voor de lage concentratie is het respectievelijk 2.6(1) ms en 4.2(2) ms. In dit verslag is voornamelijk een duidelijke beschrijving van de opstelling en meetmethode.

## **Inhoudsopgave**

Inleiding	p2
Theorie	p2
Meetmethode & Opstelling	p2-5
Resultaten	p6-7
Conclusie & Discussie	p8
Nawoord	p8
Appendix A	p9

De naam Nuclear Magnetic Resonance (NMR) ofwel kernspinresonantie is niet bij veel mensen bekend. Toch is een toepassing hiervan zeer bekend, en niet meer weg te denken uit de huidige medische wereld: De MRI-scanner. MRI of Magnetic Resonance Imaging is een techniek om een projectie te maken van het binnenste van je lichaam. Deze techniek berust op een quantumeffect van de atoomkernen, dat **spin** genoemd wordt. Zo kan er verschil gezien worden tussen bijvoorbeeld water, bloed, en vet. In dit verslag is te lezen hoe wij de werking van NMR nader onderzoeken.

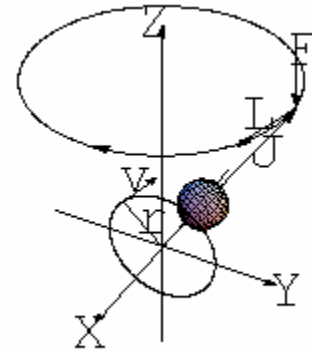
### De theorie

Een atoomkern draait om zijn eigen as, maar daarbij “wiebelt” hij ook rondom een zijn as. Zie dit zo, dat als je een stok zou steken in het verlengde van de as, de stok een cirkelbaan zou beschrijven boven de kern, zoals weergegeven in figuur 1.

Door dit *precederen* van de kern ontstaat er een klein magneetveldje. Dit wordt de spin genoemd.

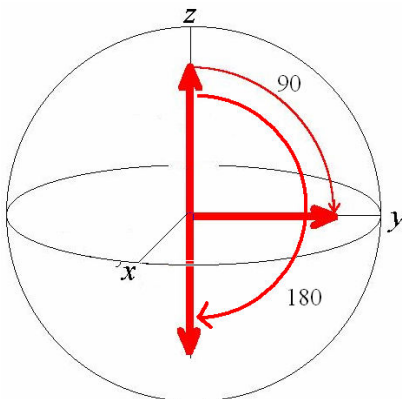
Wanneer je een extern magneetveld aanbrengt kan de spin ofwel met het magneetveld mee staan of er tegenin. Doordat de spin gequantificeerd is, zijn er alleen deze twee mogelijkheden en geen tussenposities.

Door een elektromagnetische puls met een bepaalde golflengte (in ons geval een radiogolf) er op af te sturen, kan je de spin 90° of 180° omklappen (figuur 2). Over de hoek van het omklappen zal ik later verder op ingaan. Nadat de spin omgeklapt is zal deze



Figuur 1 : Precederen van een atoomkern.

Na verloop van tijd weer terug vallen naar zijn originele staat. De tijd die hier voor nodig is kunnen we meten, en zo iets zeggen over het onderzochte materiaal.



<<Figuur 2: Omklappen van spin na 90° en 180° puls. (Het stelsel draait om de z-as mee met de precessie)

### Meetmethode & Opstelling

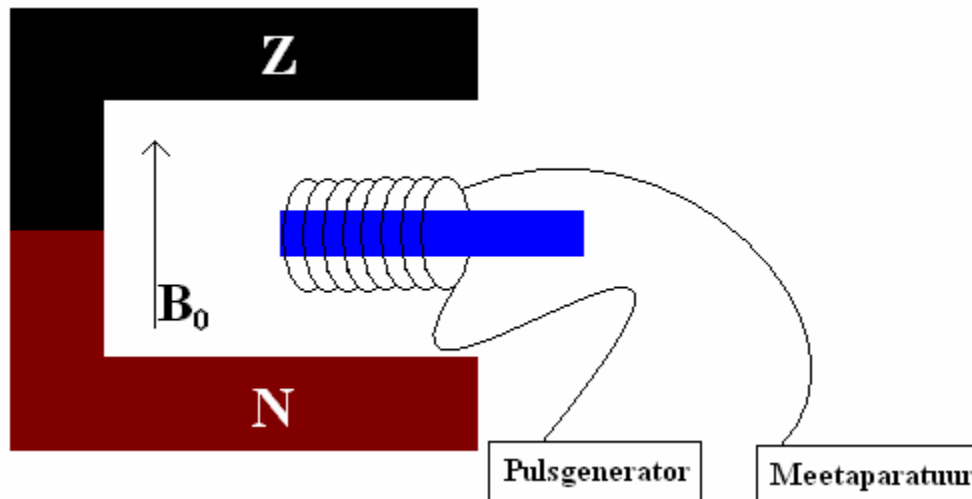
We doen metingen met verschillende oplossingen van koperchloride (CuCl). Zo'n sample plaatsen we in een permanent magneetveld. Om het sample zit een spoeltje dat de elektromagnetische pulsen uitzend, en het fungeert

als meetapparatuur (zie figuur 3). De precieze configuratie van de draden is te vinden in Appendix A. De frequentie van de puls wordt ingesteld nabij de Larmor-precessiefrequentie<sup>1</sup>. Deze is 19,85.

Wanneer een puls wordt afgegeven zien we op de oscilloscoop een signaal. Op dat moment worden de magnetische spins omgeklapt, afhankelijk van de lengte van de puls. Het signaal dat te zien is op de scoop heeft een frequentie die afhankelijk is van hoe dicht bij de draagfrequentie in de buurt zit van de resonantiefrequentie.

<sup>1</sup> Deze Larmor-precessiefrequentie wordt ook wel de resonantiefrequentie genoemd en wordt berekend

$$\text{door: } \nu = \frac{B}{2\pi\gamma}.$$



Figuur 3: Het sample (blauw) is geplaatst tussen een spoel in een magneetveld. De spoel is verbonden met zowel apparatuur die radiogolfpulsen uitzendt, als met apparatuur die het signaal van de kernspins registreert.

Vervolgens worden de lengtes van de pulsen bepaald. Er zijn vier duidelijk verschillende pulsen waarvan wij er twee zullen gebruiken: De  $0/360^\circ$ -,  $90^\circ$ -,  $180^\circ$ -, en de  $270^\circ$ -puls. Voor ons experiment zijn de  $90^\circ$  en  $180^\circ$ -puls van belang. Deze pulsen draaien de precessie met een bepaalde hoek zoals te zien in figuur 2. Zonder puls zijn de magnetische momenten van de kernen uitgelijnd met het externe B-veld. Deze staat in de z richting en kunnen we met onze opstelling niet meten. Wel kunnen we de magnetisatie loodrecht op de z-as meten. Dus als er een zodanig lange puls wordt afgegeven zodat de amplitude van het signaal op de scoop maximaal is, hebben we te maken met een  $90^\circ$ -puls. Wanneer de magnetisatie verder dan  $90^\circ$  gedraaid wordt, neemt de amplitude uiteraard af, omdat deze dan naar de  $-z$  richting gaat. Hoeveel de magnetisatie gedraaid wordt hangt af van de puls lengte. Dus we vinden van de  $90^\circ$ -puls de lengte, door deze te variëren en te zoeken naar een maximaal signaal. Bij de  $180^\circ$ -puls zoek je dus juist naar een minimum.

#### Relaxatietijden (Intermezzo)

Wanneer een puls wordt afgegeven, zal na verloop van tijd de precessie weer herstellen naar evenwichtstand; namelijk langs de richting van het B veld. Dit heeft twee oorzaken:

- Spin-Rooster wisselwerking: Een magneetveld als gevolg van fluctuerende magnetische momenten van naburige deeltjes.
- Spin-Spin wisselwerking: Een magneetveld als gevolg van precederende magnetische momenten van naburige deeltjes.

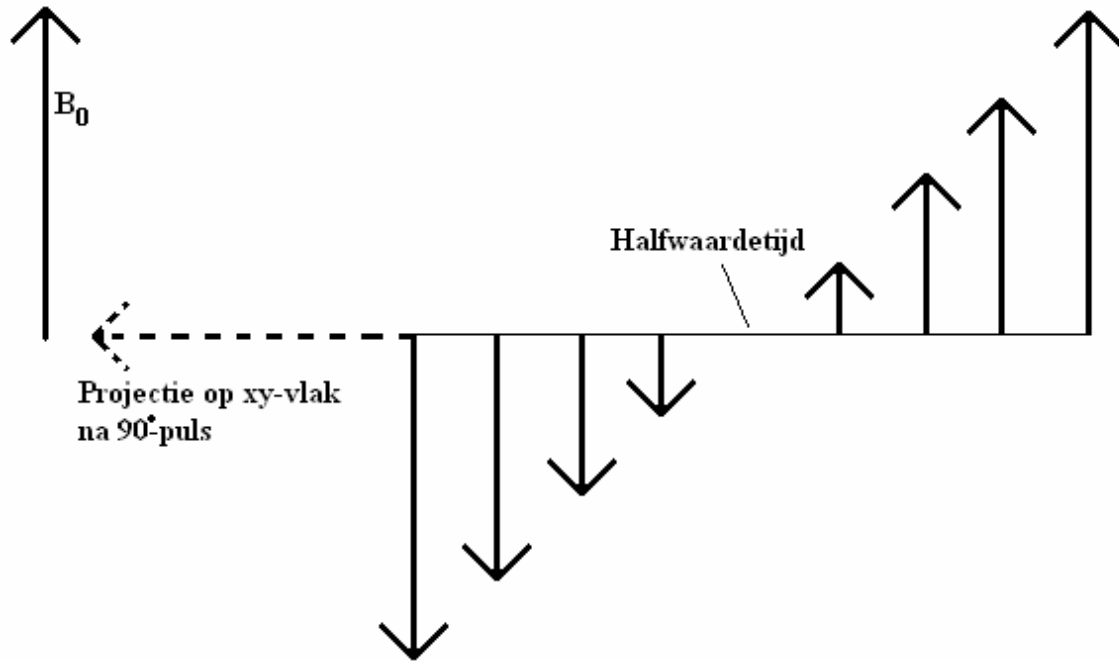
Het terugvallen van de spins naar de evenwichtstand gaat volgens een e-macht. Wanneer de deeltjes met  $\frac{1}{e}$  zijn af gevallen hebben we de karakteristieke tijd, ofwel relaxatietijd.

De Spin-Rooster relaxatietijd wordt  $T_1$  genoemd, en die van de Spin-Spin  $T_2$ .

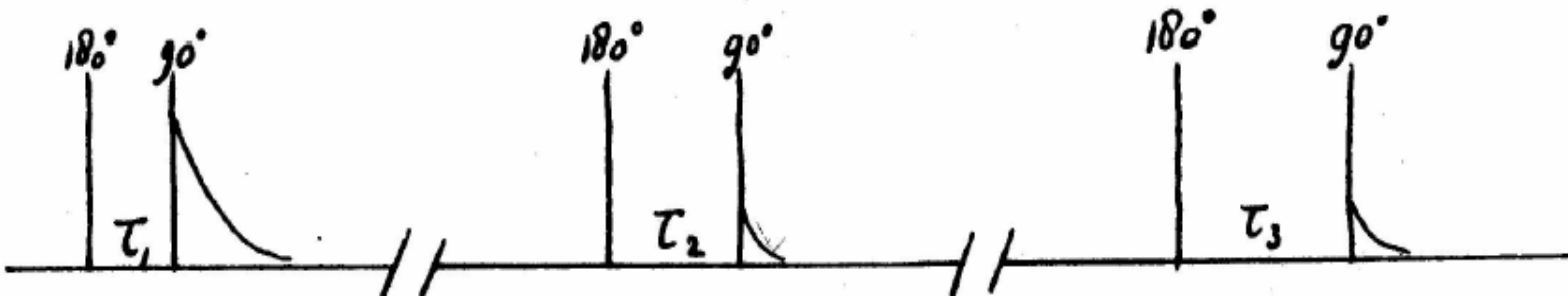
#### $T_1$ Relaxatie

Als eerste willen we de Spin-Rooster relaxatietijd bepalen. Dit doen we door eerst een  $180^\circ$  puls te sturen en vervolgens een  $90^\circ$  puls. Wat er dan gebeurd is het volgende: De  $180^\circ$ -puls klapt de spins volledig om. Omdat we niet in de z-richting kunnen meten sturen

we daarna een  $90^\circ$ -puls die de precessie in het xy-vlak “projecteert” en we een signaal kunnen meten op de scoop (figuur 4). Wanneer er netto geen spin meer in de  $-z$ -richting staat en ook nog niet in de  $z$ -richting zijn we beland bij de halfwaardetijd<sup>2</sup>. Als er geen signaal is in de  $z$ -richting, betekent dit dat er ook geen signaal is na een  $90^\circ$ -puls. Als we de  $90^\circ$ -puls zodanig kunnen timen dat er geen signaal meer te zien is, is de tijd tussen de  $180^\circ$ -puls en de  $90^\circ$ -puls precies de halfwaardetijd (figuur 5).



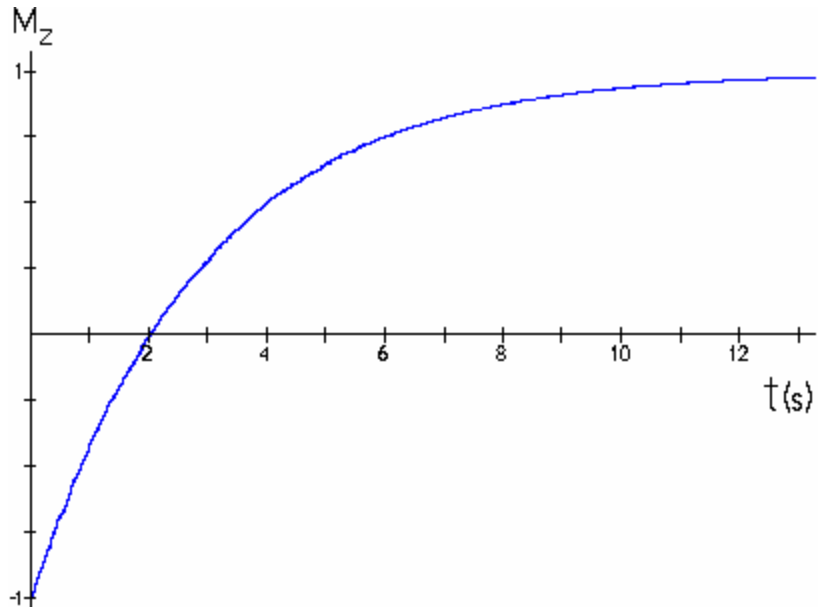
Figuur 4: Na  $180^\circ$ -puls staan de spins tegengesteld aan het externe magneetveld, maar vallen naar verloop van tijd terug met de richting van het magneetveld mee. De  $90^\circ$ -puls zorgt voor een projectie in het xy-vlak.



Figuur 5: Wanneer de tijd  $\tau$  tussen de twee pulsen zodanig gekozen wordt, dat er na projectie geen signaal te zien is, is  $\tau$  gelijk aan de halfwaardetijd.

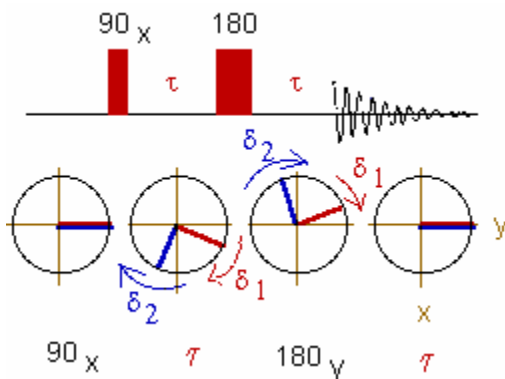
<sup>2</sup> Uit de halfwaardetijd kan uiteindelijk de relaxatietijd  $T_1$  berekend worden.

Wanneer je verschillende  $t$  uitzet tegen de daarbij horende amplitude van het signaal krijg je een relaxatiecurve (figuur 6). Echter kunnen we niet in het negatieve meten dus zal de curve die wij krijgen alleen absolute waarden bevatten.

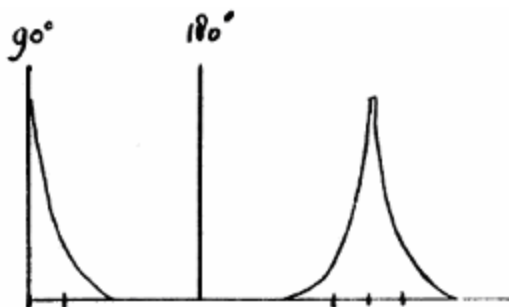


>>>>>

*Figuur 6: Relaxatiecurve, een e-macht. Het punt waar de kromme de t-as snijdt is de halfwaardetijd.*



*Figuur 7: Boven: 90-puls wordt afgegeven en vervolgens na  $\tau$  een 180-puls. Onder(xy-vlak gezien vanuit de z-richting): Na de 90-puls zijn de precessies gebundeld, maar waaieren uit doordat  $\delta_2$  sneller precesedeert dan  $\delta_1$ . Na de 180-puls ligt  $d_2$  achter op  $\delta_1$ , maar is nog steeds sneller, en halt hem bij zodat ze na verloop van tijd weer gelijk liggen.*



### *T<sub>2</sub> Relaxatie*

Bij  $T_2$  volgen we een soort gelijke procedure als bij  $T_1$ , maar het verschil zit hem in de volgorde van de pulsen. We kijken nu niet naar hoe snel de spins terug gaan naar equilibrium, maar hoe snel een bundel gerichte spins uit elkaar waaiert. Een uitleg is denk ik van belang: Wanneer je een puls stuurt zullen de precessies in eerste instantie allemaal de zelfde kant uit staan. Door de Spin-Spin wisselwerking zal dit na een tijdje uitwaaieren, omdat de ene kern sneller precedeert dan de ander. Het volgende wordt gedaan: Eerst wordt een 90-puls afgegeven die de spins draait naar het xy-vlak. De bundel waaiert uit door verschil in precessiesnelheid. Vervolgens geven we wel een 180-puls. Deze draait het uitwaaierende bundeltje om, zodat ze vervolgens weer naar elkaar toe bewegen en uiteindelijk bij elkaar komen (figuur 7). Op de oscilloscoop verwachten we vlak na de 90-puls een maximaal signaal, dat afneemt. Wanneer we een 180-puls sturen, zal het signaal oplopen en een maximum vertonen met een hoogte ten opzichte van het eerste maximum (figuur 8). Wanneer het tweede maximum 37% van het eerste maximum is hebben we de  $T_2$  tijd.

*Figuur 8: Signaal heeft een maximum en neemt af, na 180-puls loopt het signaal weer op tot een maximum.*

## Resultaten

De pulslengtes analog bepaald:

Pulssoort (graden)	90	180	270	360
Pulslengte( $\mu\text{s}$ )	8.2(5)	16.7(5)	27.2(5)	37.3(5)

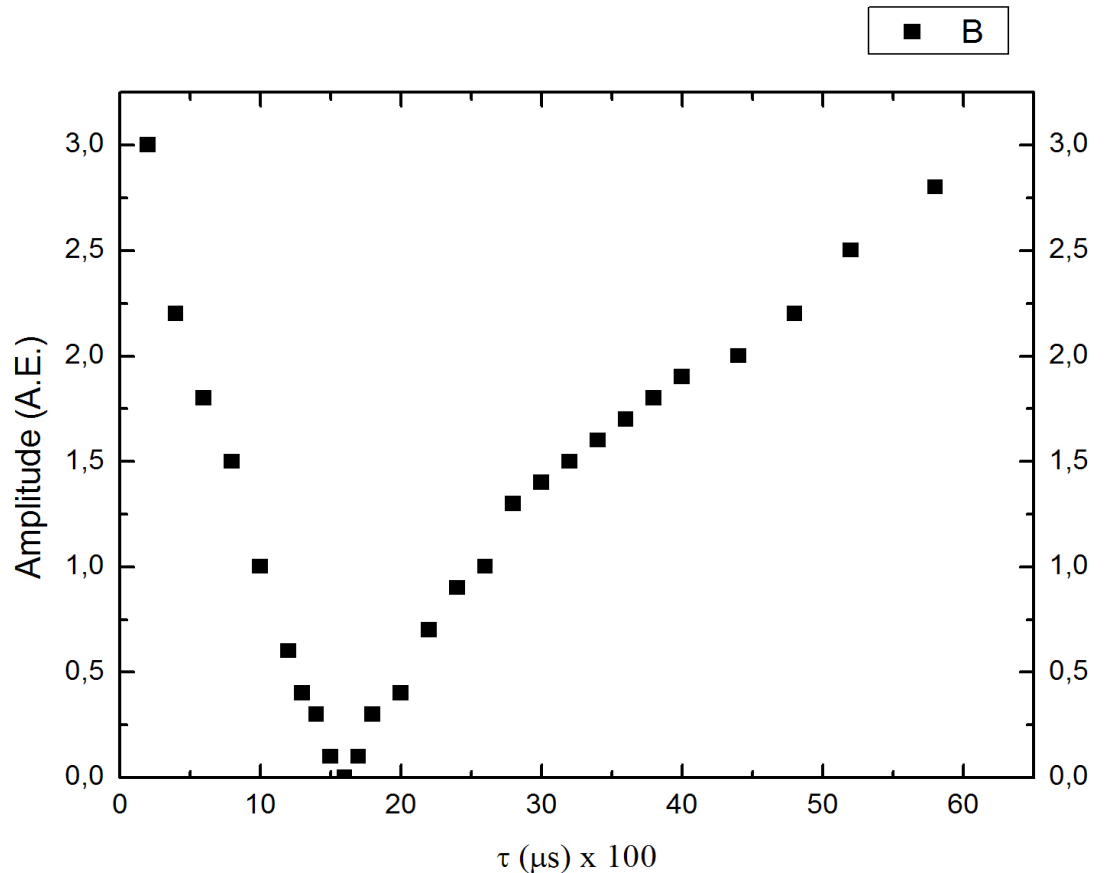
De computer liet alleen hele microsecondes toe en gaf andere waarden aan. In het vervolg van het experiment hebben we de volgende waarden gebruikt:

Pulssoort (graden)	90	180
Pulslengte( $\mu\text{s}$ )	9	18

Bij bepaling van  $T_1$  waren de resultaten als volgt:

Voor het monster met de hoge concentratie hebben we een relaxatiecurve(figuur 9):

$\tau(\mu\text{s})$	M(A.E.)
2	3
4	2.2
6	1.8
8	1.5
10	1
12	0.6
13	0.4
14	0.3
15	0.1
16	0
17	0.1
18	0.3
20	0.4
22	0.7
24	0.91
26	1
28	1.3
30	1.4
32	1.5
34	1.6
36	1.7
38	1.8
40	1.9
44	2
48	2.2
52	2.5
58	2.8



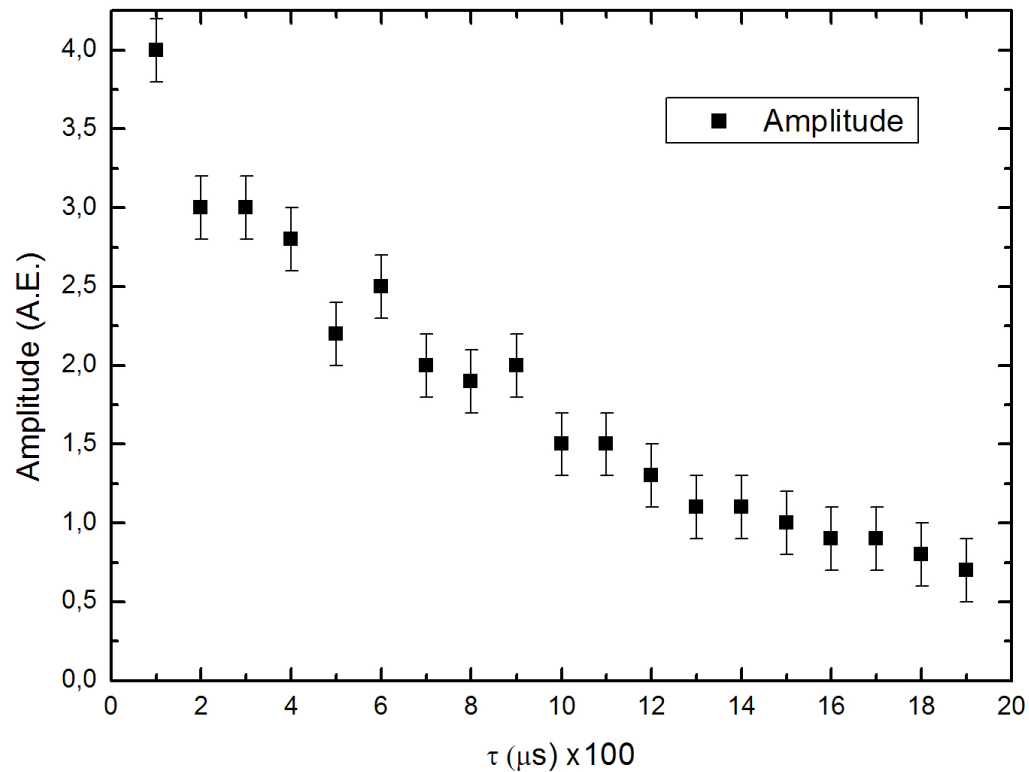
Figuur 9: Relaxatie curve van het monster met hoge concentratie  $\text{CuCl}$ . Hieruit kan de halfwaardetijd bepaald worden op  $1.6 \cdot 10^3 \mu\text{s}$

	Halfwaardetijd(ms)(T <sub>1</sub> )
Hoge concentratie	1.6(1)
Lage concentratie	2.6(1)

We zien dat de relaxatietijd van de hogere concentratie koperchloride lager ligt dan die van de lage concentratie.

De resultaten van T<sub>2</sub>:

t(ms)	M(A.E.)
1	4
2	3
3	3
4	2.8
5	2.2
6	2.5
7	2
8	1.9
9	2
10	1.5
11	1.5
12	1.3
13	1.1
14	1.1
15	1
16	0.9
17	0.9
18	0.8
19	0.7



Figuur 10: Relaxatiecurve van de T<sub>2</sub>. De amplitude is afgenomen met 1/e bij 1,1(2)ms.

	T <sub>2</sub>
Hoge concentratie	1.1(2)
Lage concentratie	4.2(2)

Onze uiteindelijke relaxatietijden zijn dus:

	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>
Hoge concentratie	1.6(1)	1.1(2)
Lage concentratie	2.6(1)	4.2(2)



## Conclusie & Discussie

We zien dat de tijd die de kernen nodig hebben om te herstellen naar de evenwichtstand ligt in de regio van de milliseconden. We zien ook dat de hoge concentratie een lagere relaxatietijd heeft dan de lage concentratie. Hoe zou dit komen?

Als je bedenkt dat in de oplossing de kernen van de watermoleculen zich richten langs het  $B_0$  veld en de CuCl moleculen het omliggende rooster is, dan kunnen de kernen hun van de puls verkregen energie om om te klappen sneller afgeven aan de naburige moleculen, als dat er ook meer zijn. Als de energie sneller wordt af gegeven, dan gaan de spins sneller naar equilibrium.

Opmerkelijk is te zien dat bij de hoge concentratie  $T_1 > T_2$  en bij de lage concentratie  $T_1 < T_2$ . Ik denk dat de meting van de lage concentratie foutief is. Ten eerste was er op de scoop heel veel ruis, dat het moeilijk was een signaal te onderscheiden van geen signaal. Ook als je logisch beredeneert, kan je nagaan dat deze meting niet kan kloppen: De  $T_1$  meting houdt in hoe snel de precessies uit het xy-vlak terugvallen in de z-richting. De  $T_2$  meting kijkt naar hoe de precessies zich gedragen wanneer zij in het xy-vlak liggen. Het is dus onlogisch om een meting te hebben over gedrag in het xy-vlak, die langer is dan de precessies in kwestie überhaupt in dat vlak zijn.

Er zijn enkele redenen waardoor we nu vrij weinig kunnen zeggen over de resultaten. We hebben nu kwalitatief kunnen zien hoe NMR werkt, maar de getallen die uit ons experiment komen zijn niet heel nuttig.

De eerste reden is dat met de computer de pulsen niet precies te bepalen waren. We de pulsen maar op 100 microseconde precies instellen en het signaal na onze 180-puls was weliswaar minimaal, maar lang niet 0. De precisie van de pulsen is van groot belang bij dit experiment.

Als tweede weten we helaas weinig over de concentratie. Als we meer samples gebruikt hadden met verschillende (bekende) concentraties, hadden we een verband kunnen leggen tussen de concentratie en de relaxatietijden. Meer dan alleen: De ene is groter dan de ander.

## Nawoord

Ik vond dit een erg leuk experiment. De inhoud is totaal nieuwe natuurkunde voor mij waar ik nooit eerder van gehoord had. Ik heb hier veel van opgestoken. Het experiment is helaas niet helemaal gegaan zoals het oorspronkelijk bedoeld was, het was erg wennen aan de apparatuur wat veel tijd gekost heeft. Desalniettemin was het een leerzame tijd.

*J.T.D. Oen*

# Appendix A

Bedrading NMR Spectrometer  
Opstelling f

