Kernspinresonanz

Michael Wiessner und Andreas Messer
Universität Würzburg Physikalisches Institut

Das vorliegende Protokoll beschäftigt sich mit der Kernspinresonanz. Der Kernspin kann durch Ankopplung an äußere Magnetfelder gemessen und auch manipuliert werden. Dies wird anhand des Protonenspins untersucht. Dabei wurden das Kernmagneton, die Relaxationszeit von Protonen und lokale Ausrichtung und Stärke des Erdmagnetfeldes bestimmt.

Durchführung: 11. September 2006

Protokollabgabe: 15. September 2006

I. EINLEITUNG

Die Kernspinresonanz kommt bei viele Untersuchungsmethoden zur Anwendung. Sie ist Grundlage der Kernspintomographie, einer in der Medizin beliebten Methode der Diagnostik. In der Chemie kommt sie bei der Bindungsanalyse zum Einsatz.

In dem hier beschriebenem Experiment wurde diese Kernspinresonanz untersucht. Dazu wurden Experimente zum grundlegenden Verständnis aber auch qualitative Untersuchungen des Protonenspins vorgenommen. Dabei wurden das Kernmagneton $\mu_K = (5{,}1406 \pm 0{,}0041) \cdot 10^{-27}\,\mathrm{Am}^2$, die Relaxationszeit von Protonen $T_1 = (2{,}86 - 0{,}29 + 0{,}37)$ s und auch die Ausrichtung und Stärke $B_S = (27{,}9 \pm 2.6)\ \mu\mathrm{T}$ des Erdmagnetfeldes bestimmt.

II. THEORIE

Alle Atomkerne besitzen einen quantenmechanischen Spin. Von diesem können nur Betrag und eine Komponente gleichzeitig bestimmt werden. Die im Experiment untersuchten Protonen im Wassermolekül sind Spin-$\frac{1}{2}$-Teilchen. Der Spin hat also den Betrag $|\mathbf{s}| = \hbar\sqrt{3/4}$ und die dritte Komponente $\mathbf{s}_z = \pm\frac{1}{2}\hbar$ (Zustand $|\uparrow\rangle$ oder $|\downarrow\rangle$). Diese Zustände sind ohne äußere Felder energetisch entartet. Wird das Proton nun einem Magnetfeld $\mathbf{B}_0 = \mathbf{e}_z B_0$ ausgesetzt, so spalten die beiden Zustände auf, da der Spin an ein magnetisches Moment $\mu = \gamma\mathbf{s}$ gekoppelt ist (Zeemann-Effekt). Die Konstante γ bedeutet das gyromagnetische Verhältnis des Protons. Die Energieaufspaltung beträgt

$$E_{|\uparrow\rangle,|\downarrow\rangle} = \mp\gamma B_0 \frac{\hbar}{2}. \tag{1}$$

Da der Spin sich wie ein Drehimpuls verhält, prezädiert er außerdem mit Lamour-Frequenz

$$\omega_0 = \gamma B_0 \tag{2}$$

um das Magnetfeld. Diese Frequenz wird uns später noch öfter als die ‘Resonanzfrequenz‘ begegnen.

Aufgrund der Energieaufspaltung stellen sich die Besetzungszahlen der beiden Zustände nach genügen langer Verweilzeit im Magnetfeld entsprechend der Boltzmanverteilung

$$\frac{N_{|\uparrow\rangle}}{N_{|\downarrow\rangle}} = \exp\left(-\frac{\Delta E}{k_B T}\right) \tag{3}$$

ein (Prinzip des Polarisators). Obwohl dieses Verhältnis sehr klein ist entsteht durch die große Anzahl von Protonen im Wasser eine messbare Magnetisierung der Probe. Durch Taylornäherung erhält man für die Besetzungszahldifferenz $\Delta N = N_{|\uparrow\rangle} - N_{|\downarrow\rangle}$ den Zusammenhang

$$\Delta N \approx N \frac{\Delta E}{2k_B T} \tag{4}$$

Dabei bedeutet N die Anzahl der Protonen. Werden die so magnetisierten Protonen aus dem Einflußbereich des Magnetfeld wieder entfernt so stellt sich nach etwas Zeit wieder eine Gleichverteilung der Zustände ein.

Indem ein zu $\mathbf{B_0}$ senkrechtes, zirkular polarisiertes Magnetfeld ($B_{1_x} + \imath\mathbf{B}_{1_y} = B_1 \exp(\pm\imath\omega t)$) zusätzlich eingestrahlt wird, werden Spin-Übergänge von $|\uparrow\rangle \to |\downarrow\rangle$ oder $|\downarrow\rangle \to |\uparrow\rangle$ induziert. Durch quantenmechanische Rechnung kommt man zu folgender Übergangswahrscheinlichkeit:

$$P(|\uparrow\rangle \leftrightarrow |\downarrow\rangle, t) = \frac{\omega_1^2}{\omega_1^2 + \Delta\omega^2} \sin^2\left(\sqrt{\omega_1^2 + \Delta\omega^2}\,\frac{t}{2}\right) \tag{5}$$

Dabei bedeuten t die Zeitdauer die das Feld $\mathbf{B}_1$ einwirkt, $w_1 = \gamma B_1$ die zum Magnetfeld $\mathbf{B}_1$ zugehörige Amplitude und $\Delta\omega = \omega_0 - \omega$ die Differenz der Rotationsfrequenz von $\mathbf{B}_0$-Feld und der Lamourfrequenz des Spins im $\mathbf{B}_0$-Feld. Wie man sofort sieht, wird die Wahrscheinlichkeit maximal, wenn diese Differenz Null wird. Diese Wahrscheinlichkeit ist außerdem periodisch in t und ω_1, was im Versuchsteil Śpindrehungúntersucht wird.

Diese Gleichungen beschreiben ein mikroskopisches System. Im Versuch haben wir es jedoch mit einem makroskopischen System mit vielen Teilchen zu tun. Aufgrund der hohen Anzahl an Protonen ist die Gesamtmagnetisierung $\mathbf{M}$ ein statistisches Mittel und somit nicht mehr quantisiert. Ein solches System wird mit den Bloch-Gleichungen beschrieben.

$$\frac{d}{dt}M_{x,y} = -\frac{1}{T_2}M_{x,y}(t) + \gamma(\mathbf{M}(t) \times \mathbf{B}(t))_{x,y} \tag{6}$$

$$\frac{d}{dt}M_z = -\frac{1}{T_1}M_z(t) + \gamma(\mathbf{M}(t) \times \mathbf{B}(t))_z + \frac{1}{\tau}m_z \tag{7}$$

beschrieben. Dabei bedeuten T_1 die charakteristische Zeitkonstante mit der sich die Magnetisierung an das thermische Gleichgewicht anpasst (Spin-Spin-Relaxationszeit), T_2 die charakteristischer Zeitkonstante, die die Dephasierung der Spins in x-y-Richtung beschreibt (Spin-Gitter-Relaxationszeit) und τ die Zeit in der die Magnetisierung $\mathbf{m}_z$ in das System gelangt. Für $T_{1,2} \to \infty$ ist das Gleichungssystem durch (8) mit $u(\omega) = (\omega_0 - \omega)/\omega_1$ und dem Drehwinkel $\Phi = \arccos(\mathbf{M} \cdot \mathbf{e}_z / M) = \omega_1 t$ exakt lösbar. Dabei ist t die Aufenthaltsdauer des Wasser im Magnetfeld $\mathbf{B}_1$. Im Experiment ist diese jedoch leicht unterschiedlich. Daher muss dem Drehwinkel mit Hilfe einer Gaussfunktion eine Unschärfe überlagert werden. Das wird durch ein Integral erreicht. In Gleichung (9) ist das endgültige Ergebniss für die Magnetisierung dargestellt.

$$\frac{M_z(\Phi,\omega)}{M_{z0}} = \frac{1}{1+u(\omega)^2}\left(u(\omega)^2 + \sqrt{1+u(\omega)^2}\cos\Phi\right) \tag{8}$$

$$\frac{M_z(\Phi,\omega)}{M_{z0}} = \int_{-\infty}^{\infty} d\Phi \frac{1}{1+u(\omega)^2}\left(u(\omega)^2 + \sqrt{1+u(\omega)^2}\cos\Phi\right) \cdot \sqrt{\frac{1}{\pi c \Phi_0}} \exp\left(-\frac{(\Phi-\Phi_0)^2}{c\Phi_0}\right) \tag{9}$$

III. EXPERIMENT

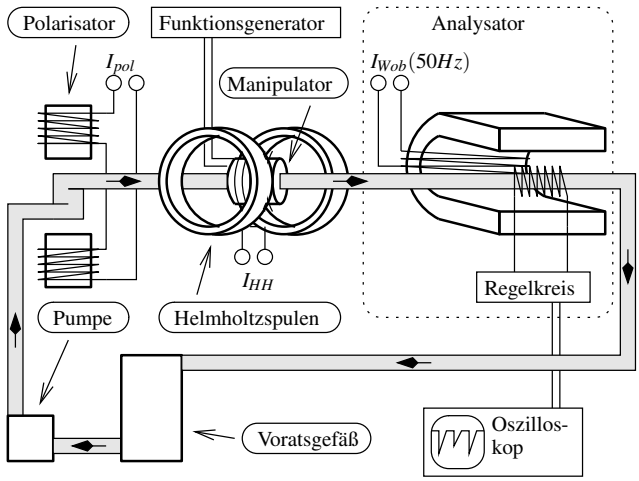

Abbildung 1: Schematischer Aufbau des Versuches

In Abbildung 1 ist der für den Versuch verwendete Aufbau schematisch dargestellt. Die einzelnen Apparaturen sind durch ein Schlauchsystem verbunden. Es wird zweifach destiliertes Wasser benutzt. Die Pumpe sorgt für einen kontinuierlichen Fluss des Wassers im System. Die Fließgschwindigkeit wird durch ihre Betriebsspannung reguliert. Diese muss mindestens so hoch sein, dass eine turbolente Strömung vorliegt, da bei laminarer Strömung ein Geschwindigkeitsgradient im Schlauch auftritt und so die Gaussverbreiterung der Magnetisierung sehr groß wird.

Das Wasser fließt zunächst durch einen Polarisator. Dieser bewirkt durch ein starkes Magnetfeld eine Magnetisierung des Wasser (Gleichung (4)). Um die Verweildauer im Polarisator zu erhöhen wird es durch ein Labyrinth geführt. Der Stromfluss im Polarisator muss ständigt kontrolliert und nachgeregelt werden da er Temperaturschwankungen unterliegt und eine gleichmäßige Magnetisierung M_{z0} bei quantitativen Messungen von großer Bedeutung ist.

Vom Polarisator fließt das Wasser weiter durch die sogenannte Einstrahlspule (Manipulator). Diese ist direkt mit einem Frequenzgenerator, der ein Sinussignal von variabler Amplitude und Frequenz erzeugt, verbunden. Dadurch wird ein lineares Wechselfeld in der Spule erzeugt, welches sich in zwei zirkular polarisierte Felder $\mathbf{B}_{1\pm}$ aufspalten lässt. Diese induzieren dann die Spinübergänge. Dabei bildet das Erdmagnetfeld das dazu notwendige $\mathbf{B}_0$-Feld. Diesem wird im Versuchsteil IV F mit Hilfe der Helmholtzspulen ein zweites homogenes Feld überlagert. Dadurch können Stärke und Ausrichtung des Erdmagnetfelds ermittelt werden. Die Frequenz und Amplitude des Funktionsgenerators konnte mit Hilfe eines Dreieck-Generators variiert werden, wodurch frequenzaufgelöste (Spektrum) oder amplitudenaufgelöste Messungen möglich waren.

Nach Passieren des Manipulators gelangt das Wasser in den Analysator. Hier wird die z-Komponente der Magnetisierung bestimmt. Auch dazu wird von der Kernspinresonanz Gebrauch gemacht: Ein Permanentmagnet erzeugt ein Magnetfeld $\mathbf{B}_A$. Dieses wird von einem schwächeren 50 Hz Wechselfeld (Wobbelfeld) überlagert wodurch das Feld $\mathbf{B}_0$ entsteht. Eine Spule, ähnlich dem Manipulator, erzeugt ein dazu senkrechtes hochfrequentes Wechselfeld. Stimmt dessen Frequenz mit der Resonanzfrequenz ω_0 überein so werden Spinübergänge induziert. Da die Spule Bestandteil eines Schwingkreises ist, kann man die Spinübergänge anhand einer Leistungsänderung im Schwingkreis detektieren. Messsignal S und Besetzungszahldifferenz ΔN sind durch

$$S \sim k\left(1 - \sqrt{1 + l\Delta N}\right) \tag{10}$$

miteinander verknüpft. Dabei bedeutend k und l systemspezifische Konstanten, die im Laufe des Versuchs ermittelt werden. Da mit einem Wobbelfeld gearbeitet wird, variiert entsprechend Gleichung (2) die Resonanzfrequenz. Dadurch wird der Resonanzfall nur 100 mal pro Sekunde ausgelöst. Das ist notwendig, da durch das Messverfahren die Magnetisierung verändert wird und somit das Messergebniss stark

verfälscht würde.

Nach dem Analysator gelangt das Wasser zurück in ein Vorratsgefäß. Hier hat es ausreichend Zeit um wieder zu depolarisieren.

Das Messsignal wird entweder über einen Sample & Hold - Verstärker oder direkt an einen Computer geführt. Hier erfolgt eine Zeit- oder Frequenzaufgelöste Aufzeichnung des Signals.

Das Experiment selbst gliederte sich in mehrere Teile: Zunächst wurden die verwendeten Geräte geprüft und geeicht, danach der Analysator auf die Resonanzfrequenz eingestellt. Dann wurde die Magnetisierung in Abhängigkeit vom Polaristor-Strom aufgelöst. Im Anschluss wurden die Spindrehung im Erdmagnetfeld untersucht und mit Hilfe der Helmholtzspulen Stärke und Richtung des Erdmagnetfelds und das Kernmagneton bestimmt. Abschließend wurde die Protonenrelaxationszeit ermittelt.

IV. AUSWERTUNG

A. Inbetriebnahme Funktionsgenerator

Die Einstrahlspule wird mit einem Sinussignal von einem Funktionsgenerator angesteuert. Da Amplitude und Frequenz des Wechselfeldes in der Spule von großer Bedeutung für den Versuch sind, wurde die Genauigkeit des Funktionsgenerator mit Hilfe des Oszilloskops geprüft. Dazu wurde der Funktionsgenerator an das Oszilloskop angeschlossen und das Signal bei verschiedenen Einstellungen am Funktionsgenerator gemessen. Bei allen Messungen ergibt sich der Messfehler aus der Ableseungenauigkeit am Oszilloskop von $\pm 0{,}1$div.

Tabelle I: Vergleich von am Funktionsgenerator eingestellter Frequenz mit der am Oszilloskop gemessenen.

Frequenz [Hz]	
Eingestellt	Gemessen
800	781 ± 12
1000	1000 ± 20
1500	1515 ± 23

Ein Vergleich der Frequenzen in Tabelle I zeigt, das die Abweichungen von eingestellter zu gemessener Frequenz klein sind. Da auch beim Justieren der Frequenz am Funktionsgenerator eine gewisse Ungenauigkeit vorliegt, kann man davon ausgehen, das die eingestellte Frequenz mit der ausgegeben Frequenz gut übereinstimmt.

Anhand der in Tabelle II dargestellten Werte für die Amplituden sieht man, dass die tatsächliche Amplitude geringer als die eingestellten ist. Das hängt mit dem Innenwiderstand von 50 Ω des Frequenzgenerators zusammen.

Um die an der Einstrahlspule anliegende Amplitude genau zu messen, wird diese zusätzlich an den Funktionsgenerator angeschlossen und nochmals die Amplitude gemessen und verglichen.

Aus dem in Abbildung 2 dargestellten Plot lässt sich am Anstieg der Fitgeraden der Eichfaktor für die Amplitude der Einstrahlspule ablesen.

Tabelle II: Vergleich der am Funktionsgenerator eingestellten Amplitude mit der gemessenen Amplitude

Amplitude [mV]	
eingestellt	gemessen
1×1	$1{,}30 \pm 0{,}10$
3×1	$3{,}40 \pm 0{,}10$
6×1	$6{,}10 \pm 0{,}10$
10×1	$1{,}00 \pm 0{,}25$
1×10	$9{,}75 \pm 0{,}25$
3×10	$28{,}00 \pm 0{,}50$
6×10	$55{,}0 \pm 1{,}0$
10×10	$92{,}5 \pm 2{,}5$

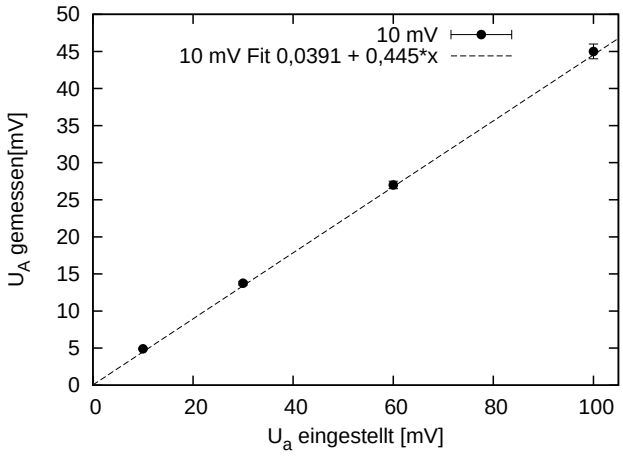

Abbildung 2: Die Grafik stellt den Zusammenhang zwischen am Frequenzgenerator eingestellter U_a und an Einstrahlspule gemessener Amplitude U_A dar. Der Anstieg der Fitgeraden ist der gesuchte Eichfaktor

$$\frac{U_A}{U_a} = (0{,}4450 \pm 0{,}0099)$$

Der Fehler wurde anhand von Min/Max-Geraden bestimmt. Mit diesem Faktor wird bei den späteren Versuchsteilen die an der Einstrahlspule anliegende Spannungsamplitude berechnet.

B. Inbetriebnahme Wasserkreislauf, Polarisator und Analysator

Nach der Eichung des Funktionsgenerators konnte mit dem eigentlichen Experiment begonnen werden. Dazu wurden zunächst Pumpe, Polarisator und Analysator angeschaltet. Die Pumpe wurde mit maximaler Betriebsspannung betrieben um eine möglichst große Strömungsgeschwindigkeit zu erhalten. Das ist notwendig damit keine laminare Strömung entstehen kann. Um die Resonanz am Analysator zu finden, wurde das Ausgangssignal des Analysators mit dem Oszilloskop dargestellt und die Frequenz solange varriert, bis der Resonanzfall eintrat. Man sieht dann das in Abbildung 3 dargestellte Signal auf dem Oszilloskop.

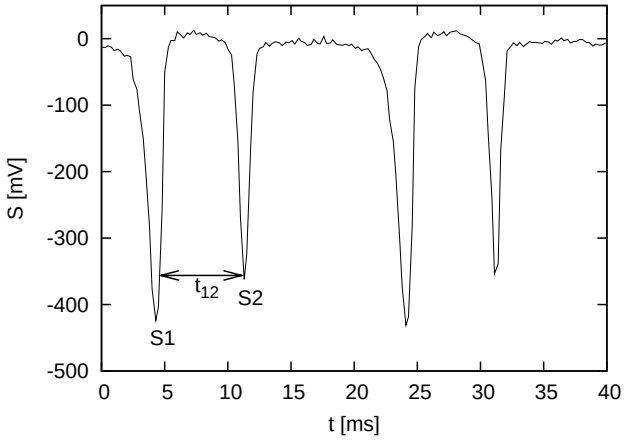

Abbildung 3: Die Grafik stellt das Ausgangssignal des Analysators dar. Die Impulse S1 und S2 treten periodisch mit einer Frequenz von 50 Hz auf.

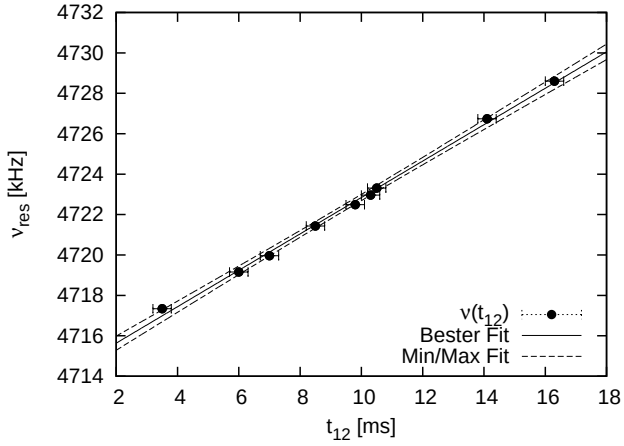

Abbildung 4: In der Grafik ist der lineare Zusammenhang zwischen Resonanzfrequenz und Zeit t_{12} zu erkennen. Durch Extrapolation auf $t_{12} = 10\,\text{ms}$ erhält man die gesuchte Resonanzfrequenz bei Wobbelfeld Null.

C. Bestimmung des Magnetfeldes im Analysator/Messung $S2\,(t_{12})$

Durch das Wobbelfeld im Analysator tritt der Resonanzfall nur 100 mal pro Sekunde auf. Dies ist in Abbildung 3 gut zu erkennen. Dabei hängt der Abstand t_{12} zwischen dem Impuls S1 und S2 von der eingestellten Resonanzfrequenz ab. Stellt man diese so ein, das die Impulse S1 und S2 genau äquidistant liegen, so tritt der Resonanzfall genau bei Wobbelfeld Null ein. Mit Hilfe von (2) kann diese Resonanzfrequenz in die Feldstärke B_A des Permanentmagneten umgerechnet werden.

Da die Äquidistanz nur ungenau mit Hilfe des Oszilloskop eingestellt werden kann wurde zunächst das Analysatorsignal zeitaufgelöst für verschiedene Resonanzfrequenzen aufgezeichnet (Abbildung 18 bis 26 im Anhang A). Aus diesen Diagrammen wurde die Zeit t_{12} zwischen den Signalpeaks S1 und S2 abgelesen. Dabei trat ein Ablesefehler von $\pm 0{,}3\,\text{ms}$ auf. Die Resonanzfrequenz wurde durch einen Frequenzzähler mit einer Genauigkeit von $\pm 10\,\text{Hz}$ bestimmt.

Dann wurde wie in Abbildung 4 dargestellt die Resonanzfrequenz über der Zeit t_{12} aufgetragen und eine Fitgerade angepasst. Bei $t_{12} = 10\,\text{ms}$ kann dann die Resonanzfrequenz bei Äquidistanz abgelesen werden:

$$\nu_{res} = (4722{,}84 \pm 0{,}16)\ \text{kHz}$$

Der Fehler wurde anhand der Min/Max-Geraden bestimmt. Durch Umrechnung mit (2) ergibt sich die magnetische Feldstärke des Permanentmagneten zu

$$B_A = (110923{,}4 \pm 3{,}8)\ \mu\text{T}.$$

Entsprechend (1) führt dieses Feld zu einer Energieaufspaltung von

$$\Delta E = (19{,}53201 \pm 0{,}00067) \cdot 10^{-9}\,\text{eV}.$$

Während des Experiments stellte sich allerdings heraus, dass die Resonanzfrequenz für äquidistante Impulse nicht konstant ist. Sie nahm auf etwa 4712,8 kHz ab. Die Ursache dafür konnte nicht geklärt werden.

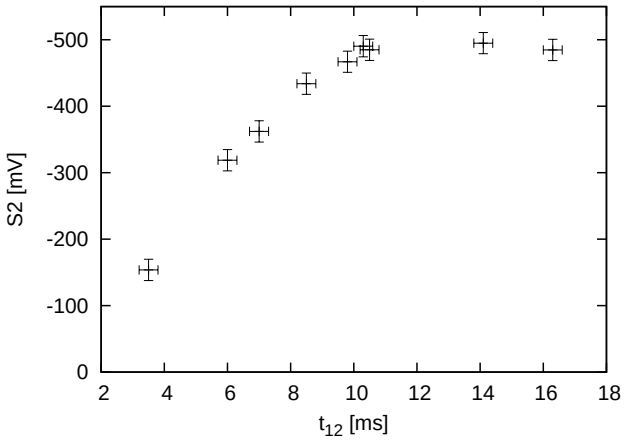

Abbildung 5: Zusammenhang zwischen der Signalhöhe des S2-Impulses und der Zeit t_{12} zwischen dem S1- und S2-Impuls

Auch die Signalhöhe des S2-Impulses hängt von der Zeit t_{12} ab. Dies ist in Abbildung 5 dargestellt. Die Fehlerbalken basieren auf den Ablesefehlern von $\pm 0{,}3\,\text{ms}$ in der Zeit und der Standardabweichung der Impulshöhe der S2-Impulse. Die Signalhöhe von S2 nimmt zunächst mit der Zeit t_{12} zu und nähert sich dann einem Grenzwert an. Der Kurvenverlauf hat eine einfache Erklärung: Durch die S1-Resonanz ensteht eine Gleichverteilung der Spinzustände im Wasser in der Spule. Ist die Zeit t_{12} sehr klein, kann dieses entmagnetisierte Wasser nicht vollständig ersetzt werden. Dadurch ist die Gesamtmagnetisierung des Wassers in der Spule kleiner und die Höhe der S2-Resonanz kleiner. Mit zunehmender Zeit t_{12} zwischen den Resonanzen nimmt die Magnetisierung des Wassers in der Spule zu, bis das gesamte Wasser in der Spule ausgetauscht wurde. Eine weiter Erhöhung von t_{12} bewirkt keine Signalsteigerung mehr, da sich kein entmagnetisiertes Wasser von der vorhergehenden S1-Resonanz mehr in der Spule befindet.

Für alle weiteren Messungen ist nur noch die Höhe der S2-Resonanz im Analysator interessant. Dazu wurde mit Hilfe eines Sample & Hold - Verstärkers nur noch der S2-Impuls an den Computer geführt.

D. Messung der Abhängigkeit der Höhe des S2-Impulses vom Polarisationsstrom I_{pol}

Entsprechend (4) ist die Magnetisierung des Wassers proportional zur Energieaufspaltung durch das B-Feld. Um diesen Zusammenhang zu überprüfen wurde die Signalhöhe der S2-Resonanz bei verschiedenen Strömen I_{pol} im Polarisationsmagnet gemessen. Um die statistischen Schwankungen auszugleichen wurden je 10000 Messwerte aufgenommen und darüber gemittelt.

Beim größten Strom wurde die Stärke des Polarisatormagnetfeldes mittels einer Hallsonde zu $B = (0{,}7814 \pm 0{,}0058)\,\mathrm{T}$ bestimmt. Zur Umrechnung von Stromstärke in magnetische Feldstärke wurde von einem linearen Zusammenhang ausgegangen.

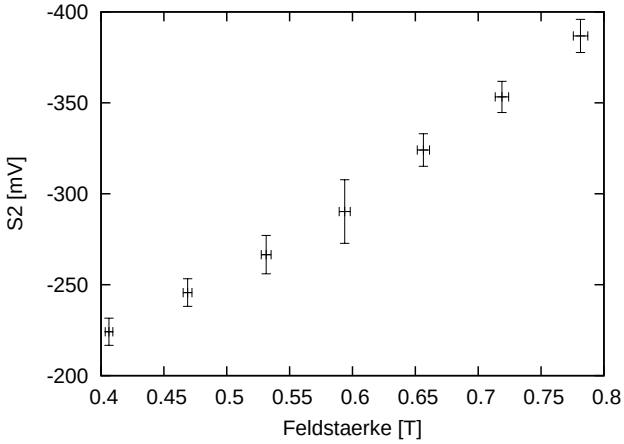

Abbildung 6: Höhe des S2-Impulses über Feldstärke im Polarisationsmagnet. Wie erwartet ist ein linearer Zusammenhang zu erkennen

Die Grafik 6 zeigt die Auftragung der Messergebnisse. Der Fehler des Messignals S2 entspringt der Standardabweichung vom Mittelwert. Das Signal folgt einem linearen Zusammenhang und bestätigt somit (4).

E. Resonanz und Spindrehung im Störfeld

Die Kernspinresonanz reagiert sehr sensitiv auf Magnetfelder. Bereits geringste Störfelder lassen sich so nachweisen. Ziel des folgenden Versuchsteils ist es die Resonanz im Störfeld zu finden und zu untersuchen. Das Erdmagnetfeld mit einer Feldstärke von etwa $3 \cdot 10^{-5}\,\mathrm{T}$ wurde als Anhaltspunkt für den zu untersuchenden Frequenzbereich gewählt. Entsprechend (2) ergibt sich eine Resonanzfrequenz von etwa 1277 Hz. In diesem Bereich wurde das in Abbildung 7 gezeigte Resonanzsprektrum aufgenommen.

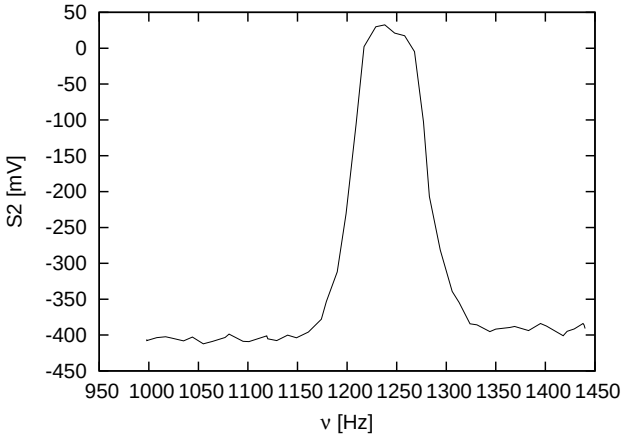

Abbildung 7: Das Spektrum zeigt Impulshöhe von S2 über Frequenz der Einstrahlspule.

Die Resonanz ist geringfügig verschoben was mehrere Erklärungen haben kann:

- Inhomogenität im lokalen Erdmagnetfeld,
- Verschiebung der Resonanz durch kovalente Bindung im Wassermolekül
- weitere, nicht bekannte Störfelder

Diese Resonanz wurde hinsichtlich unterschiedlicher Spannungen an der Einstrahlspule genauer untersucht. Dazu wurden 10 Spektren mit zunehmender Spannungsamplitude aufgezeichnet.

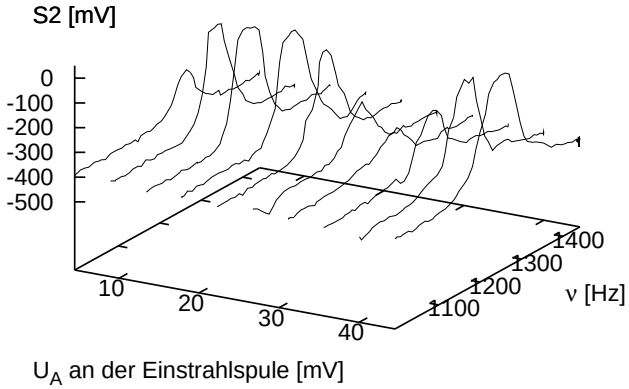

Abbildung 8: Der Plot zeigt den Phasenraum der Resonanz im Erdmagnetfeld.

Das Ergebnis der Messung ist in Abbildung 8 dargestellt. Man sieht den frequenz- und zeitaufgelösten Phasenraum der Resonanz. Die Spindrehung ist bereits hier deutlich zu erkennen.

Als nächstes wurde eine Spindrehungskurve aufgenommen. Dazu wurde der Funktionsgenerator genau auf die Resonanzfrequenz eingestellt und die Spannungsamplitude mit Hilfe des Dreieckgenerators von negativen zu positiven Werten variiert. Da mit dem Computer nur eine zeitabhängige

Aufzeichnung möglich war, wurden Anfangs- und Endamplitude mit dem Oszilloskop bestimmt. Dadurch war es später möglich die Zeit-Achse sinnvoll zu eichen.

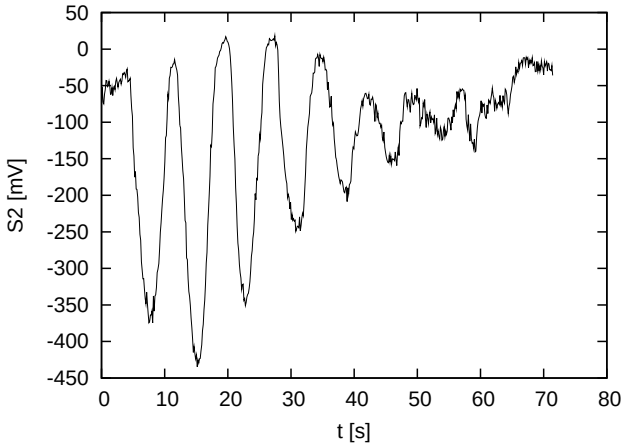

Abbildung 9: Unbearbeitete Spindrehungskurve.

Die unbearbeitete Spindrehungskurve ist in Abbildung 9 dargestellt. Diese Kurve wurde mit Hilfe der Analysatorfunktion (10) so korrigiert, das sie symmetrisch um die x-Achse oszilliert. Dazu wurde ein weiterer Parameter in die Analysatorfunktion eingebracht, der der Verschiebung des Null-Signals Rechnung trägt:

$$\frac{M_z}{M_0} = \frac{\left(1 - \frac{S2 - S2_0}{k}\right)^2 - 1}{l} \tag{11}$$

Bei der Symmetrisierung wurden die Parameter zu $k = -330\,\mathrm{mV}$, $S2_0 = -110\,\mathrm{mV}$ und $l = 1$ bestimmt.

Die X-Achse wurde auf den Drehwinkel $\Phi = \gamma B_1 t_S$ umgeeicht. Dabei bedeuten B_1 die Amplitude des zirkular polarisierten Magnetfelds in der Einstrahlspule und t_S die Verweildauer des Wassers in dieser Spule. B_1 berechnet sich nach

$$B_1 = \frac{1}{2}\mu_0 \frac{N}{L \cdot R} \cdot U_A \tag{12}$$

mit den Spulenparametern $N = 125$, $R = 47\,\Omega$ und $L = 0{,}025\,\mathrm{m}$. Die Verweildauer des Wassers in der Einstrahlspule ist

$$t_S = \frac{r_2^2}{r_1^2}\frac{L}{v_w} \tag{13}$$

wobei $r_1 = 6\,\mathrm{mm}$ den Innendurchmesser des Schlauches, $r_2 = 4\,\mathrm{mm}$ den Innendurchmesser der Spule und $v_w = 1{,}145\,\mathrm{m/s}$ die Wassergeschwindigkeit im Schlauch bedeuten. Die Geschwindigkeit wurde im letzten Versuchsteil bestimmt. Um den Nullpunkt zu bestimmen wurde die Messung bei negativer Spannungsamplitude U_A begonnen. Beim Nulldurchgang der Amplitude ist der Drehwinkel entsprechend der eben angeführten Gleichungen Null. Somit tritt auch die Gaussverbreiterung in (9) nicht auf. Der Nulldurchgang ist also durch einen hohen und scharfen Impuls gekennzeichnet.

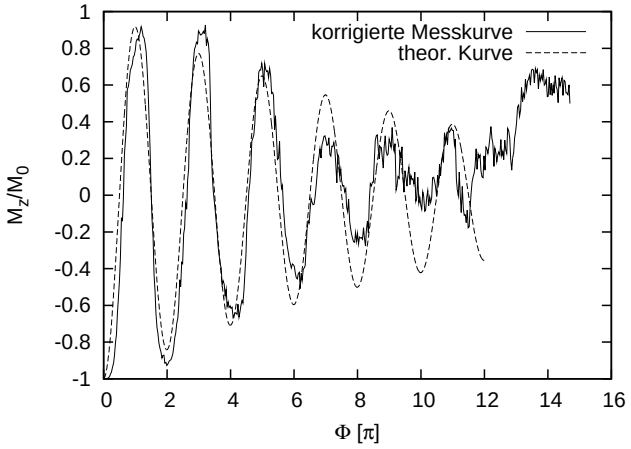

Abbildung 10: Symmetriesierte und umgeeichte Spindrehungskurve im Vergleich zur theoretischen Vorhersage.

Abbildung 10 zeigt die korrigierte und symmetrisierte Spindrehungskurve. Die theoretische Kurve wurde unter Anpassung des Parameters c in (9) erstellt. Dabei wurde der Parameter zu $c = 0{,}11$ bestimmt. Auch hier bestätigt das Experiment die theoretische Vorhersage.

Mit Hilfe der durch die Symmetrisierung erhaltenen Parameter wurden die in Abbildung 8 dargestellten Resonanzkurven korrigiert um eine Zuordnung zur theoretischen Vorhersage zu ermöglichen. Das Ergebnis ist im Anhang B Abbildung 27 zu finden. Aus diesen 10 Kurven wurden 3 ausgewählt und den Drehwinkeln $\pi/2$, π und 2π zugeordnet. Es wurden die Kurven mit einer Spannungsamplitude U_A an der Einstrahlspule von 4,55 mV (Abbildung 11), 13,4 mV (Abbildung 12) und 27,3 mV (Abbildung 13) gewählt.

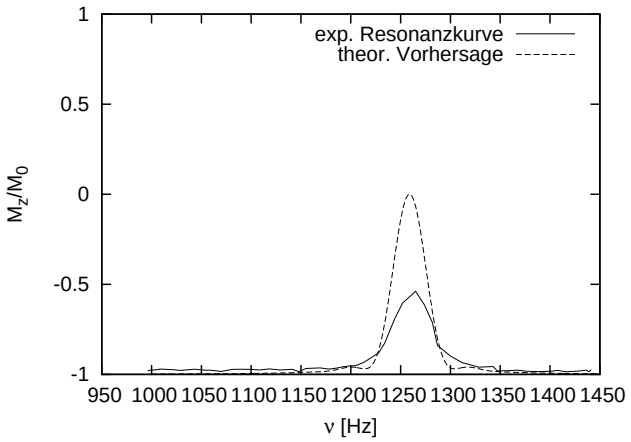

Abbildung 11: Vergleich von gemessener und theoretischer Resonanzkurve für $\pi/2$-Spindrehung.

Leider ist die Übereinstimmung von Theorie und Experiment nicht so gut wie bei der Spindrehungskurve. Ein Blick auf die Abbildung zeigt , das sowohl Amplituden aber auch die Impuls-Form stark voneinander abweichen. Die in Tabelle III dargestellten Halbwertsbreiten unterstreichen dieses Ergebniss. Die Fehlerangaben bei den experimentellen Werten

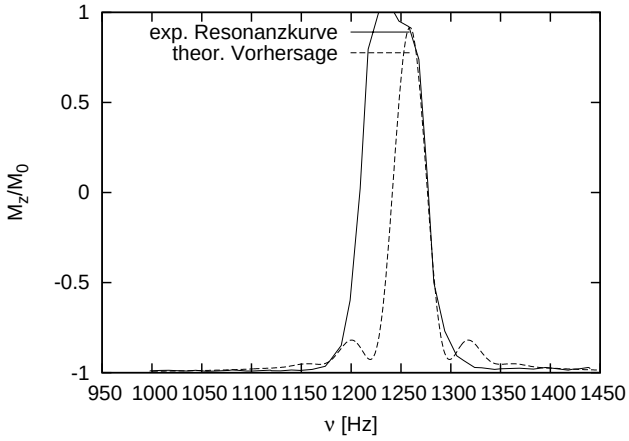

Abbildung 12: Vergleich von gemessener und theoretischer Resonanzkurve für π-Spindrehung.

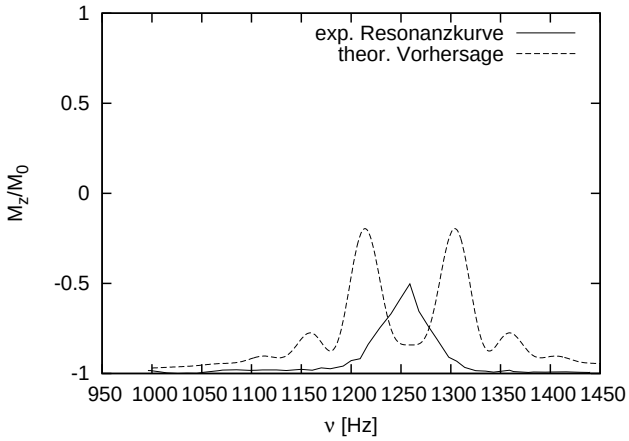

Abbildung 13: Vergleich von gemessener und theoretischer Resonanzkurve für 2π-Spindrehung.

wurden aufgrund der Ablesefehler der Graphen abgeschätzt.

F. Messung der Resonanz im Feld der Helmholtzspulen

Im vorhergehenden Abschnitt wurde die Resonanz im Störfeld untersucht. In diesem Teil des Versuches werden Betrag und Ausrichtung des Störfeldes bestimmt. Dazu wird dem Störfeld $\mathbf{B}_s$ ein durch die Helmholtzspulen erzeugtes Magnetfeld $\mathbf{B}_{HH}$ überlagert:

$$\mathbf{B}_{eff} = \mathbf{B}_{HH} + \mathbf{B}_S \tag{14}$$

$$B_{eff}^2 = B_{HH}^2 + B_S^2 + 2B_{HH}B_S\cos\phi \tag{15}$$

wobei ϕ den Winkel zwischen Stör- und Helmholtzfeld bedeutet. Mit $B_{HH} = c \cdot I_{HH}$ erhält man für die quadratische Resonanzfrequenz

$$\nu_{res}^2(I_{HH}) = \frac{g^2\mu_k}{h^2}\left(c^2 I_{HH}^2 + B_S^2 + 2cI_{HH}B_S\cos\phi\right) \tag{16}$$

mit dem Landè-Faktor g, dem Kernmagneton μ_K und der Konstanten c die durch die Spulengeometrie der Helmholtzspule

Tabelle III: Vergleich der theoretischen und experimentell ermittelten Halbwertsbreiten von $\pi/2$, π und 2π Resonanzkurven.

Drehwinkel	theo. FWHM [Hz]	exp. FWHM [Hz]
$\pi/2$	37,789	44,17 ± 0,60
π	36,2	68,0 ± 6,0
2π	-	44,7 ± 9,0

bestimmt wird:

$$c = \frac{\mu_0 N}{R}\left(\frac{8}{5\sqrt{5}}\left(1 - \frac{\zeta^2}{60R^2}\right) - \frac{31\zeta^3 - 36\eta^3}{125R^4}r^2 - \cdots\right) \tag{17}$$

Dabei bedeuten $R = 0{,}207\,\mathrm{m}$ den Spulenradius, $N = 720$ die Windungszahl, $r = 0{,}015\,\mathrm{cm}$ die Entfernung der Einstrahlspule von der Mitte der Helmholtzspulen, $\eta = 0{,}046\,\mathrm{m}$ die Breite der Spule und $\zeta = 0{,}03\,\mathrm{m}$ die Höhe der Spulenwindungen.

Setzt man in Gleichung (16) $I_{HH} = -I_{HH}$ und addiert bzw. subtrahiert die so erhaltene Gleichung von der Ursprünglichen, so erhält man:

$$\nu_{res}^2(I_{HH}) + \nu_{res}^2(-I_{HH}) = 2\frac{g^2\mu_k^2}{h^2}\left(c^2 I_{HH}^2 + B_S^2\right) \tag{18}$$

$$\nu_{res}^2(I_{HH}) - \nu_{res}^2(-I_{HH}) = 4\frac{g^2\mu_k^2}{h^2}\left(cI_{HH}B_S\cos\phi\right) \tag{19}$$

Trägt man also die Summe der Frequenzquadrate von positiven und negativen I_{HH} gegen I_{HH}^2 auf, kann man die Feldstärke des Störfeldes und das Kernmagneton bestimmen. Trägt man hingegen die Differenz der Frequenzquadrate gegen I_{HH} auf, so kann man den Winkel zwischen Helmholtz- und Störfeld ermitteln.

Um die gesuchten Werte zu ermitteln wurden Resonanzkurven für verschiedene Helmholtzspulenströme I_{HH} und die dazugehörigen negativen Ströme aufgenommen und daraus die Resonanzfrequenzen ermittelt.

Aufgrund des Versuchsaufbau kommt es zu leichten Verschiebungen in den aufgezeichneten Spektren (das Wasser benötigt ein wenig Zeit von der Einstrahlspule zum Analysator). Um dies zu kompensieren werden die Spektren einmal mit zunehmender und einmal mit abnehmender Frequenz gemessen. Der Helmholtzspulenstrom wurde dabei auf $\pm 0{,}02\,\mathrm{mA}$ konstant gehalten, so das dieser Fehler vernachlässigbar ist. Die so gemessenen Spektren sind im Anhang C zu finden. Daraus wurden die Resonanzfrequenzen und deren Fehler (Ablesefehler) abgelesen.

Zunächst wurde die Summe der Frequenzquadrate über I_{HH}^2 aufgetragen. Dies ist in Abbildung 14 dargestellt. Die Fehlerbalken sind in dem Plot nicht sichtbar, da die Summe der Frequenzquadrate sehr groß gegenüber den Messfehler sind. Als erstes wurde aus dem Anstieg der Fitgeraden mit Hilfe von (18) das Kernmagneton zu

$$\mu_K = (5{,}1406 \pm 0{,}0041) \cdot 10^{-27}\,\mathrm{Am}^2$$

bestimmt. Die Abweichung vom Literaturwert [3] beträgt 1,8 %. Der Fehler wurde dabei aus dem Fehler im Anstieg der Fitgeraden ermittelt da Min/Max-Geraden aufgrund der

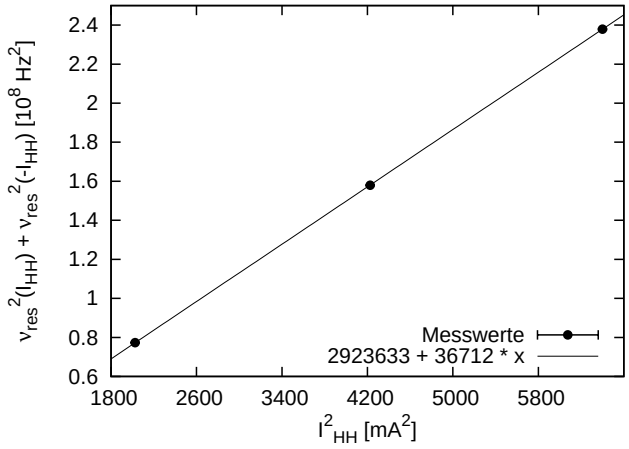

Abbildung 14: Auftragung der Summe der Frequenzquadrate über Quadrat des Stromes in den Helmholtzspulen. Aus Anstieg und Abschnitt der Fitgeraden werden Kernmagneton und Stärke des Störfeldes ermittelt.

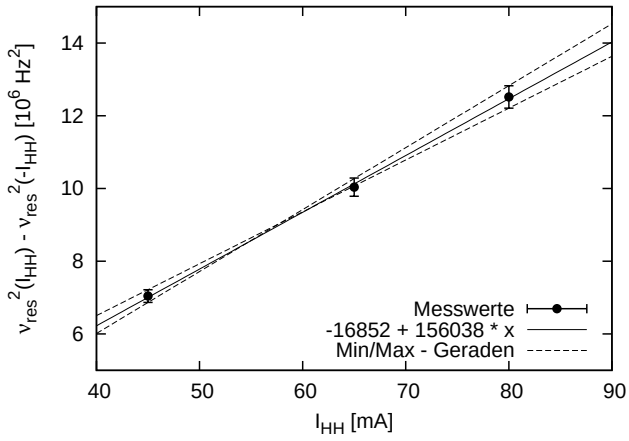

Abbildung 15: Auftragung der Differenz der Frequenzquadrate über den Strom in den Helmholtzspulen. Aus Anstieg der Fitgeraden wird der Winkel zwischen Stör- und Helmholtzfeld ermittelt.

verschwindenden Fehlerbalken nicht sinnvoll sind. Aus dem Achsenabschnitt der Fitgeraden ergibt sich für die Feldstärke des Störfelds zu

$$B_S = (27{,}9 \pm 2.6)\ \mu\mathrm{T}.$$

Dieser Wert entspricht in etwa dem des Erdmagnetfeldes.

Um den Winkel zwischen Stör- und Helmholtzfeld zu bestimmen erfolgt die Auftragung der Differenzen der Frequenzquadrate gegen den Helmholtzstrom. Dies ist in Abbildung 15 dargestellt. Da hier die Differenzen der Frequenzquadrate aufgetragen werden, sind die Fehlerbalken jetzt gut sichtbar. Aus dem Anstieg erhält man für den Winkel zwischen $\mathbf{B}_S$ und $\mathbf{B}_{HH}$

$$\phi = (76{,}22 \pm 0{,}59)^{\mathrm{o}}.$$

Hier wurde der Fehler mit Hilfe der Min-/Max-Geraden bestimmt.

G. Bestimmung der Relaxationszeit von Protonen und der Wassergeschwindigkeit im Kreislauf

Werden Kernspins zunächst mit Hilfe eines Magnetfeldes polarisiert und dann das Magnetfeld abgeschaltet, so nimmt die Magnetisierung nach

$$\frac{M_z}{M_0} = \exp\left(-\frac{t}{T_1}\right) \tag{20}$$

exponentiell mit der Zeit ab. Dabei bedeutet T_1 die charakteristische Relaxationszeit. Diese soll für das Proton bestimmt werden.

Wenn die Wasserpumpe nicht in Betrieb ist, werden die Protonenspins entsprechend dem Magnetfeld, das auf sie einwirkt polarisiert. Wird jetzt die Pumpe eingeschaltet, so lässt sich anhand von Verlauf von Signal $S2(t)$ sowohl die Protonenrelaxationszeit als auch die Geschwindigkeit des Wassers im Kreislauf bestimmen.

Es wurden für verschiedene Betriebsspannungen an der Pumpe das Signal $S2(t)$ wie oben beschrieben aufgenommen. Dazu wurde die Pumpe abgeschaltet und etwa 20 s gewartet, dann die Messung gestartet und die Pumpe angeschaltet. Abbildung 16 zeigt den Verlauf von S2 bei maximaler Pumpenspannung.

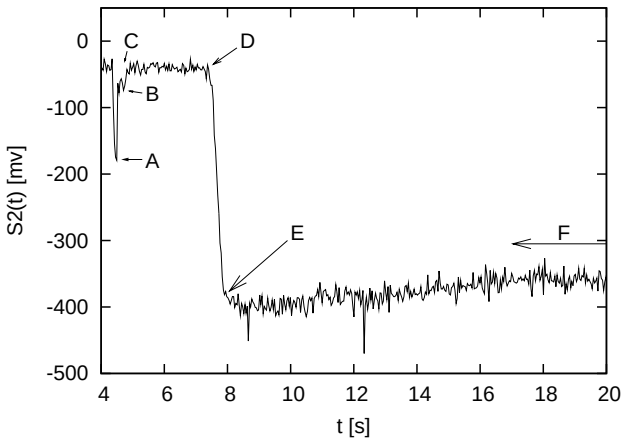

Abbildung 16: Verlauf des Signals von S2 nach einschalten der Pumpe.

Zunächst soll der Verlauf des Signals anhand der eingezeichneten Punkte erklärt werden:

A $S2(t_1)$: Hier wurde die Pumpe eingeschaltet. Der Peak entsteht dadurch, das der Permanentmagnet im Analysator auch eine gewisse Magnetisierung hervorruft.

B $S2(t_2)$: Dieser Peak entsteht durch die Wasserführung nahe dem Permanentmagneten im Innern des Analysators.

C $S2(t_3)$: Hier tritt das Wasser, was sich zwischen Analysator und Polarisator befindet in den Analysator ein. Es ist depolarisiert, da kein (starkes) Magnetfeld auf es gewirkt hat.

Tabelle IV: Pumpgeschwindigkeiten und zugehörige Reynoldszahlen für verschiedene Betriebsspannungen der Pumpe.

Spannung [V]	Wassergeschwindigkeit [m/s]	Reynoldszahl
10,9	$\approx 1{,}145$	5132
9,4	0,980	4391
8,8	0,905	4057
8,4	0,880	3943
7,5	0,773	3466
6,9	0,739	3313
6,4	0,668	2995
5,7	0,571	2562
5,0	0,498	2234
4,5	0,400	1795

D $S2(t_4)$: Das Wasser aus dem Polarisator erreicht den Analysator.

E $S2(t_5)$: Der Analysator ist vollständig mit dem stark polarisierten Wasser aus dem Polarisator gefüllt. Das Wasser ist besonders stark polarisiert, da es lange im Polarisator verweilte.

F $S2(t > t_6)$: Der Analyator ist jetzt mit dem Wasser, das nicht mehr so lange im Polarisator verweilen konnte gefüllt.

Um die Relaxationszeit der Protonenspins zu bestimmen wird die Signalhöhe $S2(t_5)$ gegen die Zeit $t_4 - t_3$ die das Wasser vom Polaristor bis zum Analysator benötigt halblogarithmisch aufgetragen (Abb. 17). Der Anstieg der Fitgeraden liefert die Relaxationszeit.

Beim Anlegen der Fit-Geraden, muss beachtet werden, das nur die Messpunkte verwendet werden dürfen, bei denen eine turbolente Strömung im Schlauch vorliegt. Um diese Messpunkte zu ermitteln wird die Reynoldszahl

$$R = \frac{2\rho r}{\eta} \cdot v \tag{21}$$

für alle Messpunkte berechnet. Dabei bedeuten $\rho = 998{,}2\,\mathrm{kg/m^3}$ die Dichte und $\eta = 1{,}002 \cdot 10^{-3}\,\mathrm{Ns/m^2}$ die Zähigkeit des Wassers, $r = 2{,}25 \cdot 1c^{-3}\,\mathrm{m}$ den Radius des Schlauches und v die Geschwindigkeit des Wassers. Die Geschwindigkeit wird aus der Zeit $t_4 - t_3$ und der Schlauchlänge zwischen Polarisator und Analysator (3 m) bestimmt.

Turbolente Strömung liegt bei Reynoldszahlen ab 3000 vor. Entsprechend Tabelle IV können somit nur wenige Messpunkte zur Auswertung genutzt werden. Der Punkt bei höchster Geschwindigkeit wird ebenfalls nicht benutzt, da hier die Betriebsspannung der Pumpe und somit die Fließgeschwindigkeit stark schwankte.

Anhand des Fitgeraden bestimmt sich die Protonenrelaxationszeit zu

$$T_1 = (2{,}86 - 0{,}29 + 0{,}37)\ \mathrm{s}.$$

Der asymmetrische Fehler wurde aus den Min/Max-Geraden ermittelt. Er ist so groß, da bei einer halblogarithmischen Auftragung der Wertebereich mindestens zwei Größenordnungen

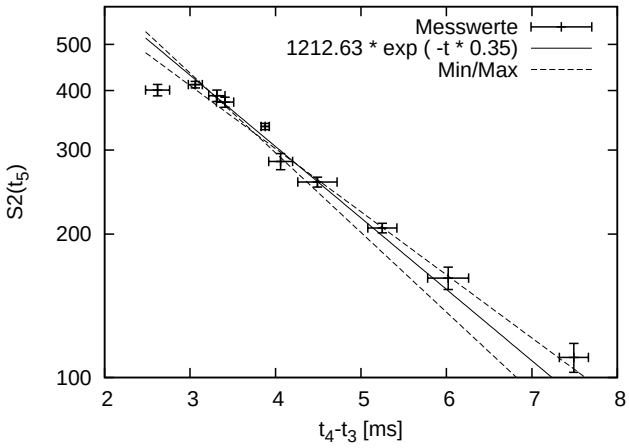

Abbildung 17: Auftragung der ermittelten Signalhöhen $S2(t_5)$ über der verstrichenen Zeit $t_4 - t_3$.

umfassen sollte, hier aber aber nur eine viertel Dekade beträgt. Trotzdem stimmt der Wert gut mit der Relaxationszeit von destiliertem Wasser von etwa 3 s überein.

V. ZUSAMMENFASSUNG

Die Kernspinresonanz wurde anhand eines interessanten Versuchs untersucht. Trotz des einfachen Aufbaus waren neben qualitativen auch quantitative Experimente möglich. So konnten das Kernmagneton, die Feldstärke und Ausrichtung des Erdmagnetfeldes und die Protonenrelaxationszeit bestimmt werden.

[1] C. Cohen-Tannoudji, B. Diu, and F. Laloë, *Quantum Mechanics*, vol. I (John Wiley & Sons, Inc., New York, 1977), 2nd ed.

[2] *F-Praktikum A Anleitung - Magnetische Kernresonanz*, Würzburg (2006).

[3] H. Haken and H. C. Wolf, *Atom- und Quantenphysik* (Springer-Verlag, Berlin, 1996), 6th ed.

Anhang A:

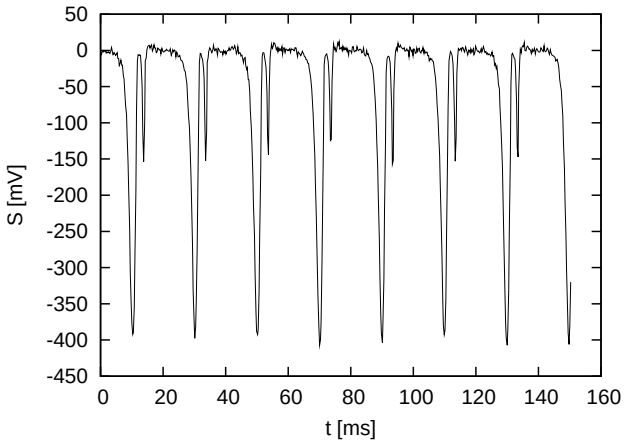

Abbildung 18: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4717,34 kHz.

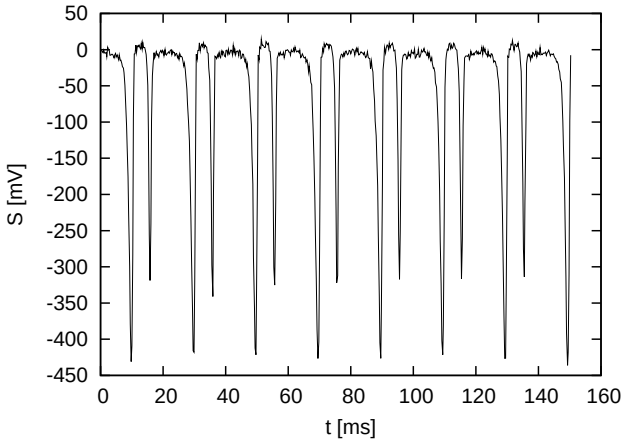

Abbildung 19: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4719,16 kHz.

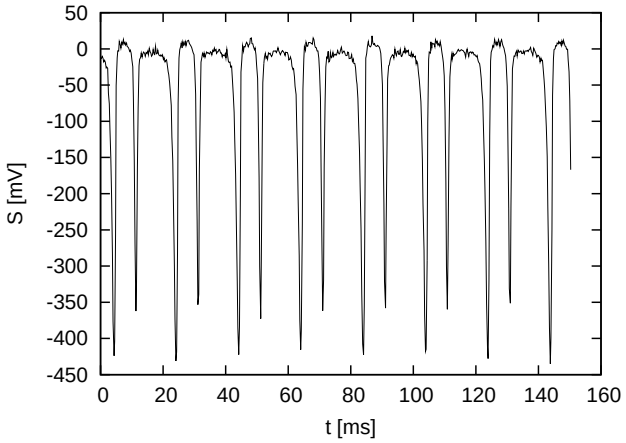

Abbildung 20: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4719,96 kHz.

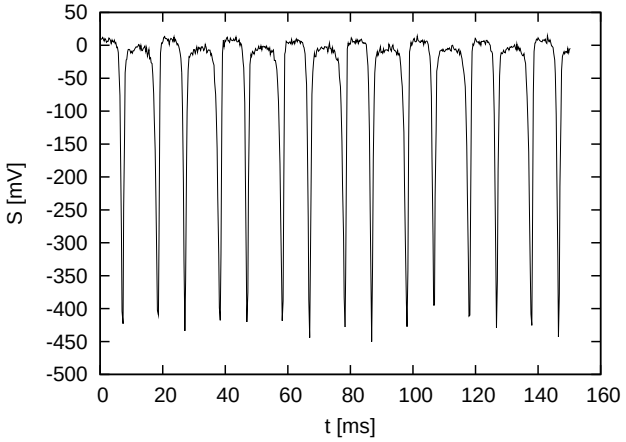

Abbildung 21: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4721,43 kHz.

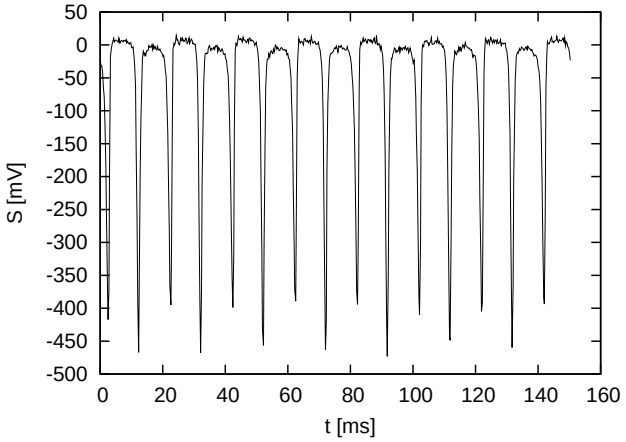

Abbildung 22: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4722,49 kHz.

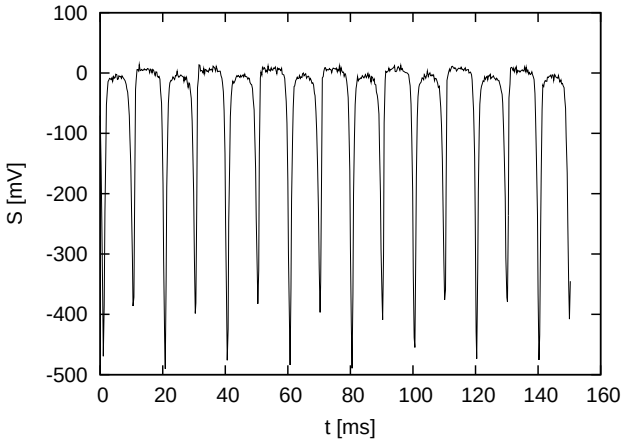

Abbildung 23: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4722,96 kHz.

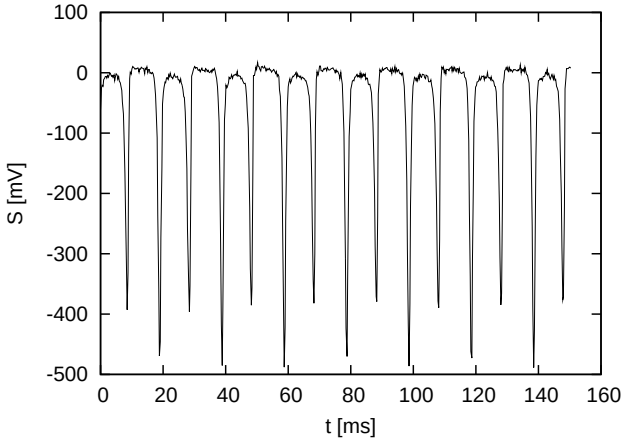

Abbildung 24: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4723,31 kHz.

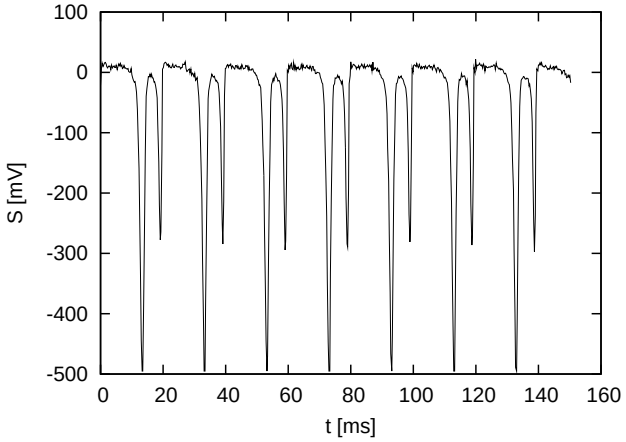

Abbildung 25: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4726,74 kHz.

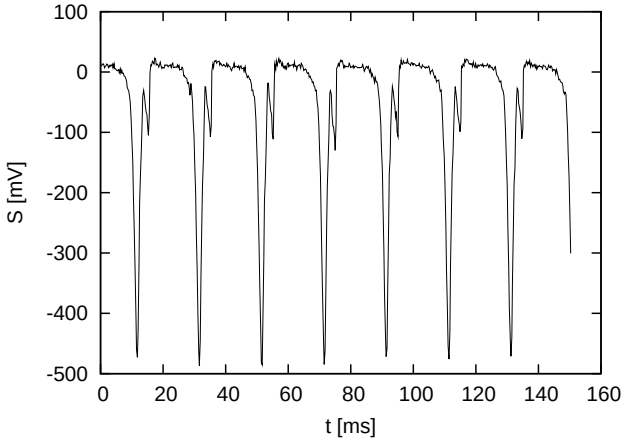

Abbildung 26: Analysatorsignal S bei Resonanzfrequenz 4728,60 kHz.

Anhang B:

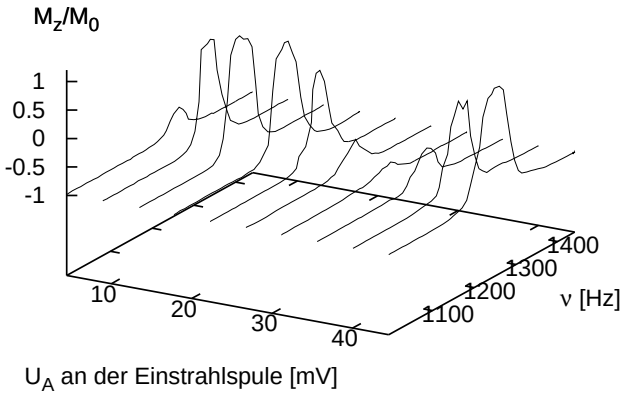

Abbildung 27: Der Plot zeigt den Phasenraum der Resonanz im Erdmagnetfeld wobei das Messignal S2 in Magnetisierung umgerechnet wurde.

Anhang C:

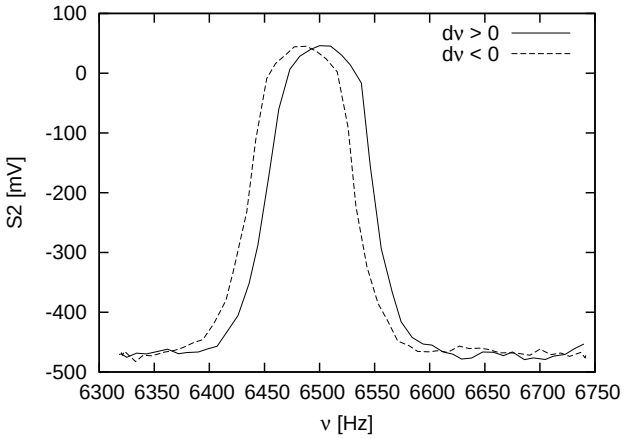

Abbildung 28: Resonanz mit Helmholtzfeld bei $I_{HH} = 45\,\mathrm{mA}$.

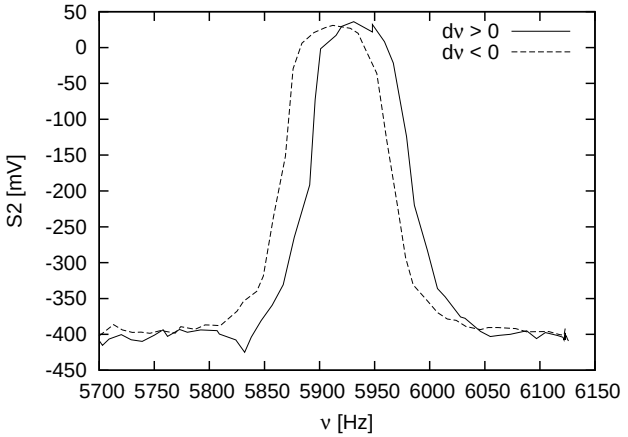

Abbildung 29: Resonanz mit Helmholtzfeld bei $I_{HH} = -45\,\mathrm{mA}$.

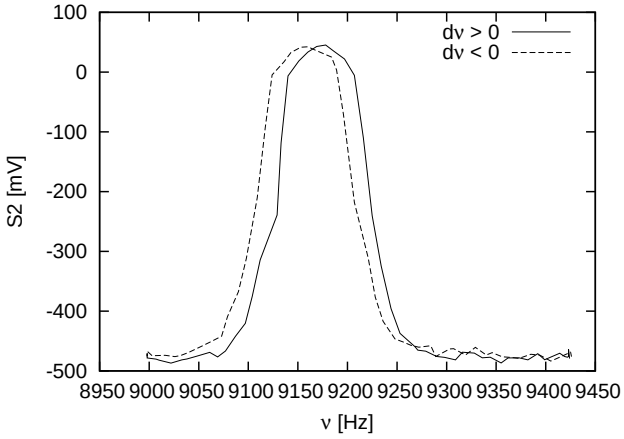

Abbildung 30: Resonanz mit Helmholtzfeld bei $I_{HH} = 65\,\mathrm{mA}$.

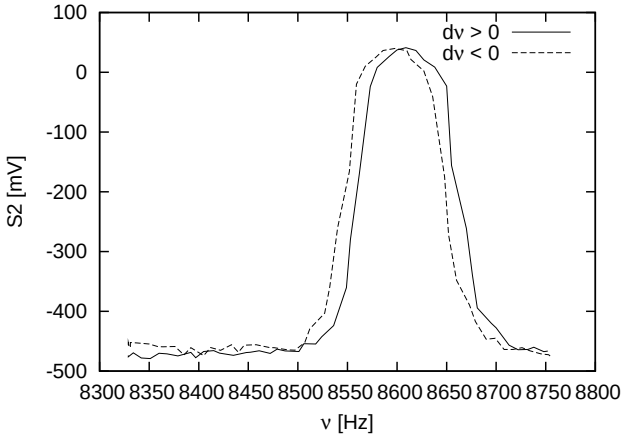

Abbildung 31: Resonanz mit Helmholtzfeld bei $I_{HH} = -65\,\mathrm{mA}$.

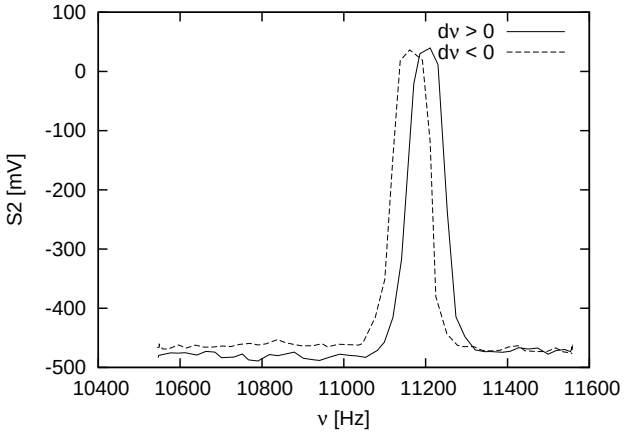

Abbildung 32: Resonanz mit Helmholtzfeld bei $I_{HH} = 80\,\mathrm{mA}$.

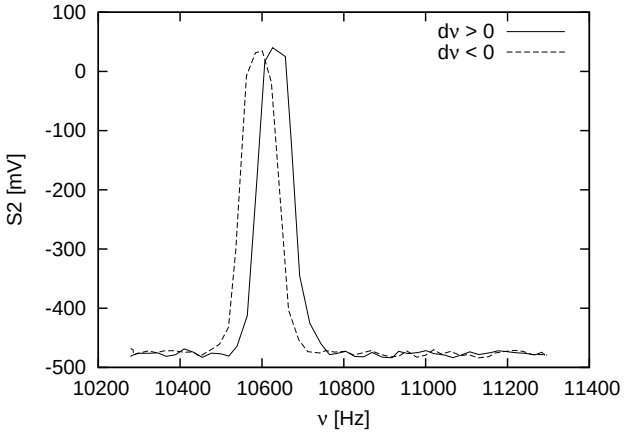

Abbildung 33: Resonanz mit Helmholtzfeld bei $I_{HH} = -80\,\mathrm{mA}$.