

Relaksometria NMR Fali Ciągłej

Autor: Jakub Bojarski

Wydział Fizyki, Astronomii i Informatyki Stosowanej

Opiekun naukowy: dr. Tadeusz Pałasz

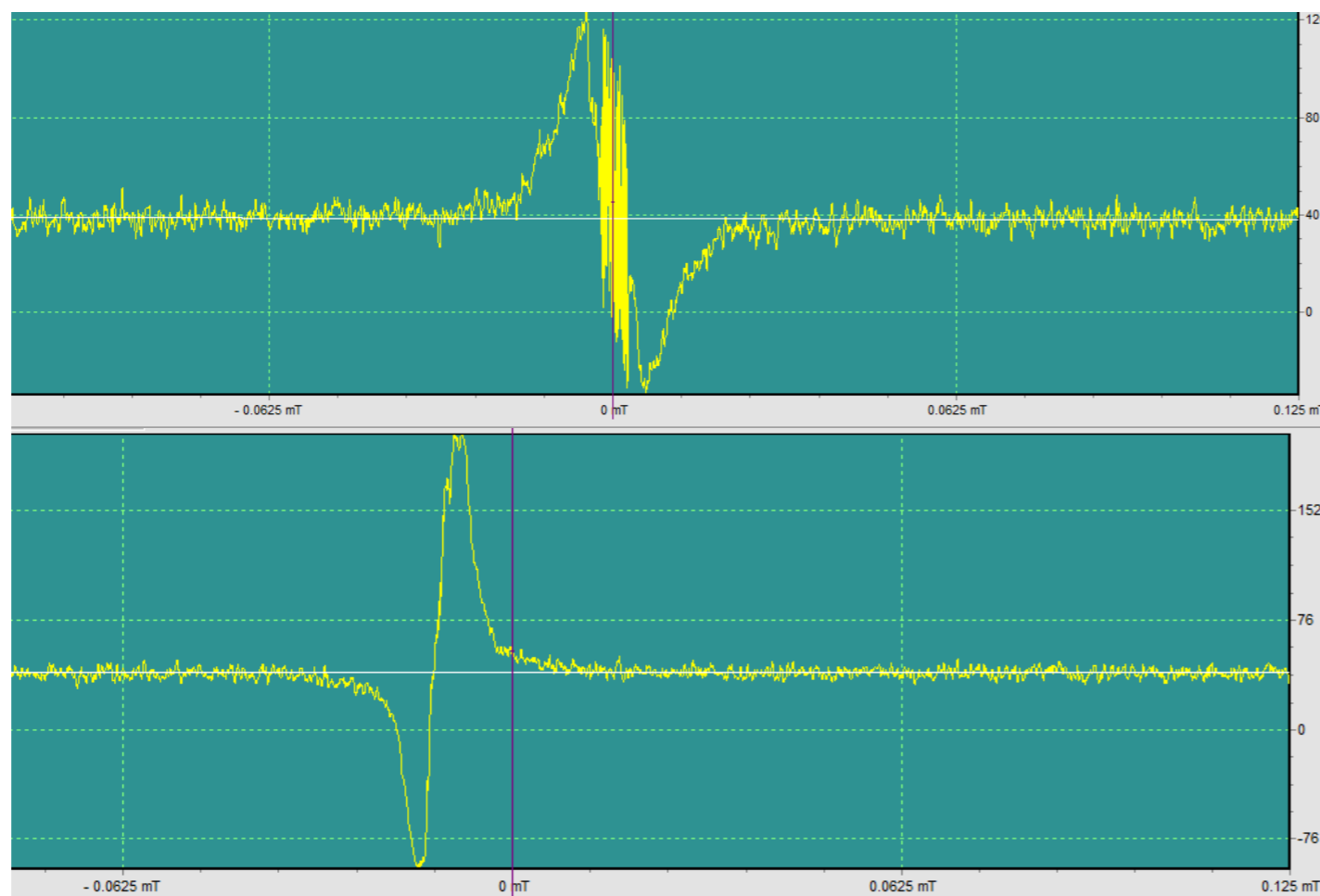
W prezentowanym doświadczeniu użyto techniki magnetycznego rezonansu jądrowego do badania przemian fazowych mieszaniny glicerolu z wodą. Glicerol odgrywa istotną rolę w fizjologii zwierząt, gdzie jego obecność wpływa na obniżenie temperatury zamrażania płynów ustrojowych i pozwala im przetrwać niskie temperatury.

Magnetyczny Rezonans Jądrowy – Fala Ciągła

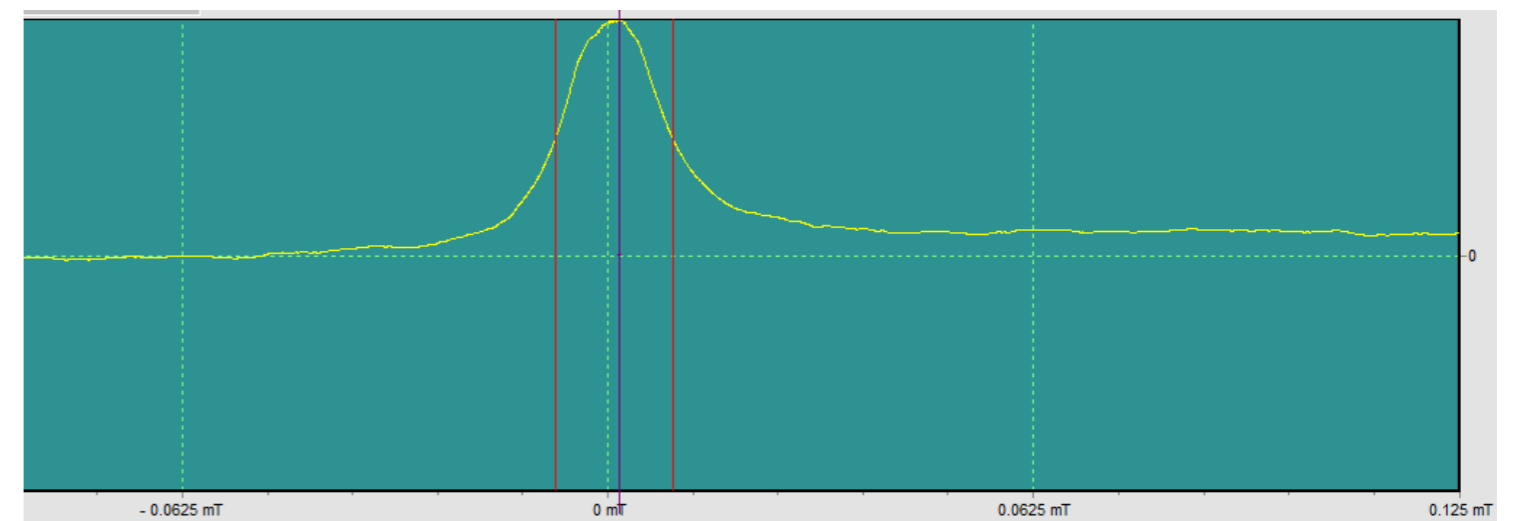
Technika fali ciągłej jest pierwszą metodą zastosowaną do doświadczeń z magnetycznym rezonansem jądrowym. Po raz pierwszy zastosowana była przez Feliksa Blocha, który, razem z Edwardem Purcellem otrzymał za nią nagrodę Nobla.[1] Dziś jest rzadko stosowana, ale wciąż ma przewagę w przypadku długich czasów relaksacji spin-spin oraz bardzo krótkich czasów relaksacji spin-spin.

Wewnątrz magnesu znajdują się dwie cewki ustawione prostopadle do siebie. Kiedy zachodzi rezonans, sygnał wysłany przez cewkę nadawczą jest rozpraszany przez jądro atomowe w próbce. W metodzie fali ciągłej częstotliwość cewki nadawczej jest stała, natomiast pole magnetyczne jest przemiatane, w tym przypadku w zakresie 0.25mT. Ponadto, podczas pomiaru pole oscyluje, jest to tzw. druga modulacja pola zewnętrznego magnetycznego. W efekcie spektrometr rejestruje pierwszą pochodną widma rezonansowego.[4]

Warunkiem zajścia rezonansu magnetycznego jest $\omega = \gamma B_0$, gdzie ω jest częstotliwością emitowaną przez cewkę nadawczą, γ to czynnik giromagnetyczny, a B_0 jest indukcją pola zewnętrznego.[4] Częstotliwość jest dobierana tak, aby ten warunek był spełniony jak najbliżej środka zakresu przemiatania.



Po lewej przedstawione są zarejestrowane widma dyspersyjne. Górne zostało zarejestrowane w temperaturze 0°C, a dolne w -10°C. Poniżej pokazany jest górny wykres po całkowaniu, będącym wykresem widma absorpcyjnego. Widoczny pik ma kształt funkcji Gaussa. Czerwone linie oznaczają położenie połowy wysokości pików po obu stronach maksimum, a linia niebieska położenie maksimum. Mierzoną w doświadczeniu wartością była szerokość w połowie wysokości linii NMR, na wykresie poniżej jest ona równa odległości pomiędzy czerwonymi liniami.

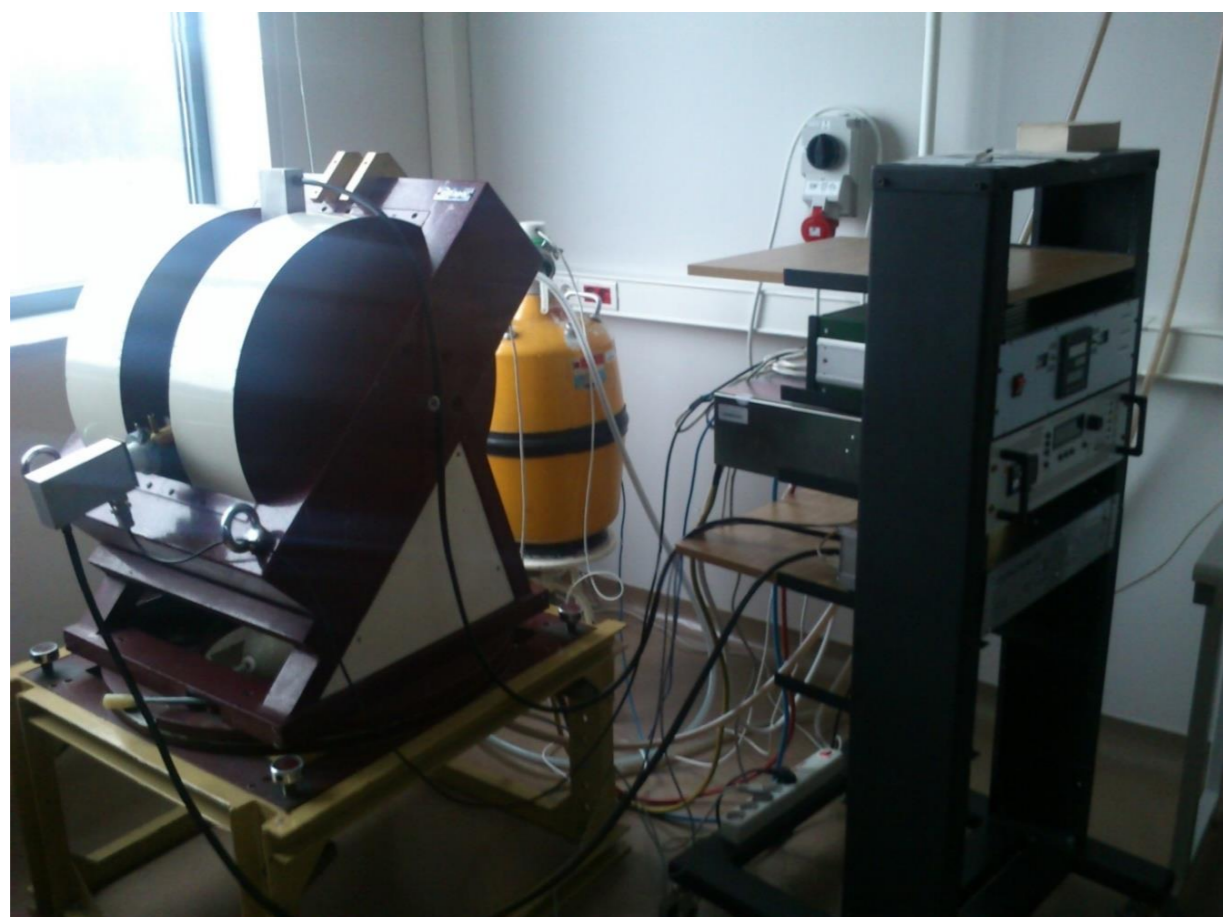


02

Układ doświadczalny

Poniżej przedstawiony jest układ doświadczalny. Po lewej widać elektromagnes, za którym umieszczony jest dewar z azotem. Po prawej znajduje się stelaż z elektroniką.

Magnes wytwarza pole rzędu 630mT, które jest przemiatane od około 629.875mT do 630.125mT. Częstotliwość wynosi około 27MHz, co po podzieleniu przez 630mT daje 42.857MHz/T. W tych warunkach dla jądra wodoru, którego czynnik giromagnetyczny wynosi 42.577MHz/T, można podczas przemiatania zaobserwować rezonans.



Wnioski

Prezentowane doświadczenie pokazuje, że magnetyczny rezonans jądrowy można wykorzystać do badań przejść fazowych ciała stałe/ciecz. Pomimo, że technika fali ciągłej jest już dość wiekowa i większości zastosowań wyparta przez metodę echa spinowego, brak czasu martwego oraz relatywnie niższa cena spektrometrów zapewnia tej metodzie niszę w zastosowaniach, w których właściwości te są istotne.

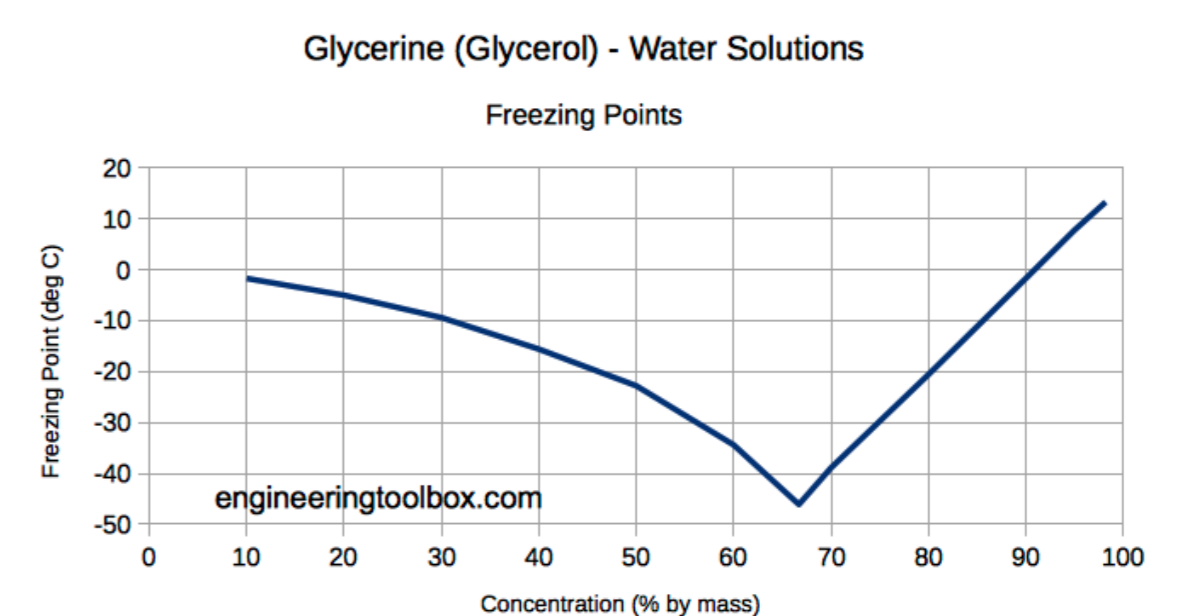
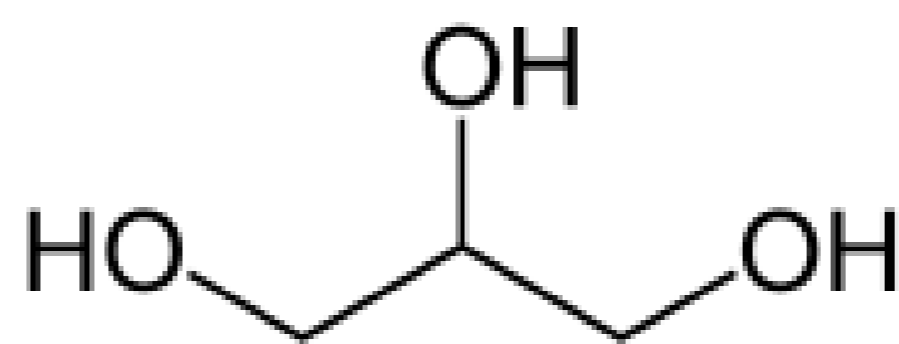
Literatura

- https://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1952/bloch-lecture.pdf
- <https://pl.wikipedia.org/wiki/Gliceryna>
- https://www.engineeringtoolbox.com/glycerine-boiling-freezing-points-d_1590.html
- J.Stankowski, W.Hilczer, „Pierwszy Krok ku Radiospektroskopii Rezonansów Magnetycznych”, 1994.

Badany Materiał

Glicerol jest najprostszym z trioli, tzn. alkoholi z trzema grupami hydroksylowymi. Podobnie jak inne alkohole, jest silnie higroskopijny.[2] Jego punkt zamrażania silnie zależy od ilości wody w mieszaninie, zależność ta przedstawiona jest na wykresie poniżej.

Wzór strukturalny:



Wyniki

Przejście fazowe zostało zaobserwowane w pobliżu temperatury -5°C. Stopień uwodnienia roztworu glicerolu silnie wpływa na punkt zamrażania, w tym przypadku wynik sugeruje stężenie ok. 85% [3]. Dokładniejszy pomiar nie był możliwy ze względu na ograniczenia aparatury sterującej temperaturą. Wykres poniżej przedstawia szerokość połówkową linii w funkcji temperatury, nieciągłość wywołana przejściem fazowym jest dobrze widoczna.

