

Tomographische Darstellung von Magnetresonanzsignalen

Bachelorarbeit

im Studiengang "Bachelor of Science"
im Fach Physik



an der Fakultät für Physik und Astronomie
der Ruhr-Universität Bochum

von
Sonja Kunkel
aus
Wuppertal

Bochum, SS08

Gutachter: Prof. Dr. Werner Meyer

Zweitgutachter: PD Dr. Fritz-Herbert Heinsius

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Magnetismus von Teilchen	2
2.1	Elektronenspin und Kernspin	2
2.2	Verhalten des Spins im externen Magnetfeld	3
2.2.1	Zeeman-Effekt	4
2.3	Dynamische Nukleonenpolarisation	5
3	Magnetische Kernresonanz	5
3.1	Erklärung	6
3.2	Verhalten der Magnetisierung im Magnetfeld	7
3.2.1	Die Bloch-Gleichungen	8
3.3	Continuous-wave-/gepulste NMR	9
4	Messaufbau	9
4.1	Standard-Aufbau	9
4.2	Ortsauflösung mit Gradientenfeld	11
4.3	NMR-Elektronik	14
4.4	Entwicklung	15
4.4.1	Aufbau des Schwingkreises	16
4.4.2	Verändern der Kapazität	18
4.4.3	Verändern der Induktivität	18
5	Messungen	19
5.1	Messung mit n-Butanol + Tempo	19
5.2	Messung mit ${}^6\text{LiD}$	21
5.2.1	Messung bei $I_{grad} = 1\text{A}$	22
5.2.2	Messung bei $I_{grad} = 1,5\text{A}$	23
5.2.3	Messung bei $I_{grad} = 2\text{A}$	26
5.2.4	$I_{grad} = 2\text{A}$ & drei gefüllte Probenbehälter	28
5.3	Zusammenfassung	28
6	Fazit und Ausblick	29

A	Historisches & Grundlagen	31
A.1	Klassischer Drehimpuls	31
A.2	Magnetisches Moment	32
B	Solid State Effekt	34
C	Beschreibung der Magnetisierungsbewegung	36
C.1	Übergang in das rotierende Bezugssystem	36
C.2	Relaxation	36
D	Kapazität der Varicap-Diode	38
E	Kennlinie PT-100	39
	Literatur	42

1 Einleitung

Die magnetische Kernresonanz (NMR, nuclear magnetic resonance) ist in vielen naturwissenschaftlichen Bereichen eine etablierte Methode zur nichtinvasiven, also zerstörungsfreien, Messung bestimmter Materie- und Moleküleigenschaften. Unabhängig voneinander gelang es 1946 Edward M. Purcell und Felix Bloch, erste erfolgreiche NMR-Experimente durchzuführen, was mit dem Nobelpreis gewürdigt wurde.

Im Laufe der Zeit gelang die Weiterentwicklung dieser Methode derart, dass in zwei und drei Dimensionen zerstörungsfreie Bildgebung möglich gemacht wurde. Die Probe muss also weder zerteilt noch anderweitig verändert werden, um auf ihre Eigenschaften untersucht werden zu können. Aber nicht nur die Nichtinvasivität der NMR-Methode birgt große Vorteile für die Diagnostik. Im Gegensatz zu Techniken, die auf infraroten oder ähnlichen, sichtbaren Lichtwellen basieren, ist die optische Transparenz der Probe hierbei keine zwingende Bedingung.

Dies findet man heutzutage häufig in der medizinischen Diagnostik in Form der Kernspinresonanztomographie (MRI, magnetic resonance imaging). Aber auch in der Chemie und Biologie ist die NMR eine bevorzugte Methode, z.B. zur Analyse von Molekülen.

Das Verhalten von Atomkernen und ihren Eigenschaften im äußeren Magnetfeld bilden die Grundlagen der NMR. Aus der Quantenmechanik weiß man, dass der Kernspin beim Anlegen eines äußeren Magnetfeldes diskrete Einstellungsmöglichkeiten (Energieniveaus) hat, welche alle gleichberechtigt sind. Durch elektromagnetische Strahlung können nun Übergänge zwischen den Energieniveaus erzwungen werden, was dazu führt, dass diese nicht mehr gleichmäßig besetzt sind. Der Übergang von diesem Ungleichgewichtszustand in den natürlicherweise bevorzugten Gleichgewichtszustand, die Relaxation, wird unter Abstrahlung von Energie vollzogen, welche mit einem NMR-System detektiert und derart weiterverarbeitet werden kann, dass man ein Bild der untersuchten Probe erhält.

Um einen Einblick in die interessante Technik der continuous-wave-NMR zu gewinnen, ist es Ziel dieser Bachelorarbeit, eine bereits existierende NMR-Apparatur derart zu optimieren, dass tomographische Aufnahmen möglich gemacht werden und Messungen durchzuführen, deren Ergebnisse später mit einem bildgebenden Programm ausgewertet werden können.

Zu Beginn der vorliegenden Arbeit wird ein kurzer Einblick in die Theorie des Drehimpulses und des Spins geliefert. Anschließend wird das Verhalten des Spins im

externen Magnetfeld erläutert um daraufhin auf die Grundlagen der Kernresonanz einzugehen. Des Weiteren werden die beiden NMR-Verfahren (cw-NMR und gepulste NMR) kurz dargestellt und erläutert. Danach werden der vorliegende Versuchsaufbau und die vorgenommenen Veränderungen beschrieben, um abschließend auf die Durchführung der Messungen und die Ergebnisse einzugehen. Am Ende dieser Bachelorarbeit findet sich eine Zusammenfassung dieser Ergebnisse sowie ein abschließendes Fazit.

2 Magnetismus von Teilchen

In diesem Kapitel wird zunächst eine kurze Beschreibung des Spin-Konzepts geliefert. Das Verhalten des Spins unter dem Einfluss eines magnetischen Feldes wird anschließend beschrieben, ebenso wie das für diese Bachelorarbeit wichtige Thema der dynamischen Polarisation. Eine weiter zurückreichende Einführung in das Konzept des Drehimpulses und die magnetischen Eigenschaften von Teilchen, die mit einem solchen behaftet sind, ist in *Anhang A* einzusehen.

2.1 Elektronenspin und Kernspin

Der Elektronenspin ist eine allein in der Quantenmechanik vorkommende Form der Eigenrotation, zu der es kein klassisches Pendant gibt. Quantenmechanisch kann man ihn jedoch als eine Art Bahndrehimpuls betrachten, woraus folgt, dass es ein zum Elektronenspin gehöriges magnetisches Moment μ_s gibt, welches zum Spin \vec{s} proportional ist, also:

$$\vec{\mu}_s = -g \cdot \frac{e}{2m} \cdot \vec{s} = -g \cdot \mu_B \cdot \frac{\vec{s}}{\hbar} = -\gamma \cdot \vec{s} \quad (1)$$

Den Faktor

$$\gamma = \frac{g \cdot \mu_B}{\hbar} \quad (2)$$

(also den Proportionalitätsfaktor von magnetischem Moment und Spin) bezeichnet man als das gyromagnetische Verhältnis. Es ist für jeden Atomkern charakteristisch. Diese gewonnene Beziehung ist enorm wichtig. Dadurch, dass das magnetische Moment an den Spin gekoppelt ist, kann man diesen nämlich durch eine magnetische Wechselwirkung beeinflussen.

Der Faktor g wird Landé-Faktor genannt. Er beschreibt, wie groß der Unterschied des Einflusses auf die Energie eines im Magnetfeld befindlichen Teilchens von Spin und gleich großem Bahndrehimpuls ist.

Experimentelle Untersuchungen ergaben einen Wert von $g \approx 2,001319$, was bedeutet, dass das magnetische Moment des Elektronenspins etwa doppelt so groß wie erwartet ist. Diracs relativistische Beschreibung des Elektrons hingegen führt zu $g = 2$. Die experimentellen Abweichungen von diesem Wert können mit Effekten der Quantenelektrodynamik, nämlich der Wechselwirkungen des Elektrons mit dem Magnetfeld, befriedigend erklärt werden. Analog zum Elektron lässt sich nun ein Proton betrachten, dass mit dem Drehimpuls \vec{I} umläuft.

Man definiert nun:

$$\vec{\mu}_N = g \cdot \frac{e}{2m_p} \cdot \vec{I} = g \cdot \mu_K \cdot \frac{\vec{I}}{\hbar} \quad (3)$$

Hierbei ist

$$\mu_K = \frac{e\hbar}{2m_p} \quad (4)$$

das so genannte Kernmagneton. Sein Zahlenwert ist zwar knapp 2000-mal kleiner als der des Bohr-Magnetons, was vermuten lässt, dass die Analogie nicht ganz zutreffend sein könnte. Berücksichtigt man jedoch, dass die Masse des Protons ca. 1836-mal größer als die des Elektrons ist, findet man die Analogie befriedigend erfüllt. [Mes02, Abr61, HP04]

2.2 Verhalten des Spins im externen Magnetfeld

Bringt man ein magnetisches Moment in ein äußeres Magnetfeld \vec{B}_0 ein, besitzt es die Energie:

$$E = -\vec{\mu} \cdot \vec{B}_0 = -\frac{e}{2m} \cdot |l| \cdot |B_0| \cdot \cos(\vartheta) \quad (5)$$

Diese Energie hängt von der Ausrichtung des Moments in Bezug auf das Magnetfeld ab. Bei einer parallelen Ausrichtung des Moments zum Feld wird diese minimal und bei einer antiparallelen Ausrichtung maximal. Sie schwankt also mit dem Winkel zwischen

Atomkern	gyromagnetisches Verhältnis
1H	2,67522212
2H	0,41066
3H	2,8535
^{12}C	0
^{13}C	0,67266
^{14}N	0,19324
^{15}N	0,27107
^{16}O	0
^{17}O	0,36267
^{40}Ca	0
^{43}Ca	0,17999

Abbildung 1: Gyromagnetisches Verhältnis einiger wichtiger Kerne

magnetischem Moment und Magnetfeld, genauer gesagt mit dem Kosinus des Winkels ϑ zwischen diesen beiden Vektoren.

Hieraus muss ein Drehmoment \vec{T} senkrecht zu \vec{B}_0 folgen:

$$\vec{T} = \vec{\mu} \times \vec{B}_0 = \frac{d\vec{I}}{dt} \quad (6)$$

Es treibt die Vektoren in die energetisch günstigste Anordnung ($\vartheta = 0$). Setzt man hier die gefundene Beziehung $\vec{\mu} = -\gamma\vec{I}$ ein, erhält man die Bewegungsgleichung des Drehimpulses im äußeren Magnetfeld:

$$\frac{d\vec{I}}{dt} = -\gamma\vec{B}_0 \times \vec{I} = -\vec{\omega}_L \times \vec{I} \quad (7)$$

Man nennt $\omega_L = \gamma B_0$ die Larmorfrequenz. Mit dieser Frequenz präzediert das magnetische Moment also um die Richtung des angelegten äußeren Magnetfeldes. Diese Art der Ausrichtung der Spins bezüglich der Magnetfelds wird Polarisation genannt. [Sli90, Sut03]

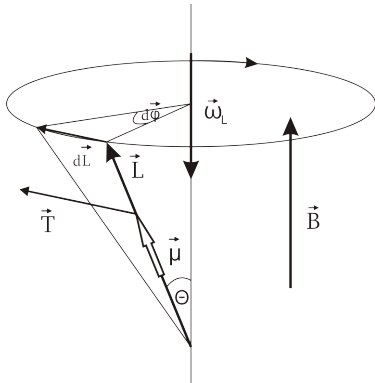


Abbildung 2: Präzession eines magnetischen Moments um die Richtung des Magnetfeldes

2.2.1 Zeeman-Effekt

Exemplarisch geht man nun von einem in z-Richtung orientierten Magnetfeld aus, in dem sich das magnetische Moment befindet. Die Änderung der Energie des Moments lautet dann:

$$E_Z = \frac{e}{2m} \cdot l_z \cdot B \quad (8)$$

Ohne den Einfluss des Magnetfeldes würde das magnetische Moment bereits die Energie E_0 besitzen. Im Magnetfeld besitzt es also die Gesamtenergie:

$$E = E_0 + \frac{e}{2m} \cdot l_z \cdot B \quad (9)$$

Die Energie hängt nun offensichtlich vom Drehimpulszustand des Moments ab. Nur im Fall $l_z = 0$ bleibt die Energie des Moments beim Anlegen eines Magnetfeldes unverändert. Für z. B. zwei unterschiedliche Drehimpulszustände ergeben sich auch zwei unterschiedliche

Energieniveaus, die angenommen werden können. In der Spektroskopie entspricht dieser Effekt der Aufspaltung einer Spektrallinie in zwei Linien. Den Energieunterschied zwischen diesen Niveaus, bzw. der beiden Linien, bezeichnet man mit ΔE . Er berechnet sich zu:

$$\Delta E = \Delta E_0 + \frac{eB}{2m} \cdot \Delta l_z = \hbar\omega_L \quad (10)$$

Durch Einstrahlung von Photonen der Energie $\hbar\omega_L$ können auch Übergänge zwischen den Niveaus erzwungen werden.[\[Ebb07\]](#)

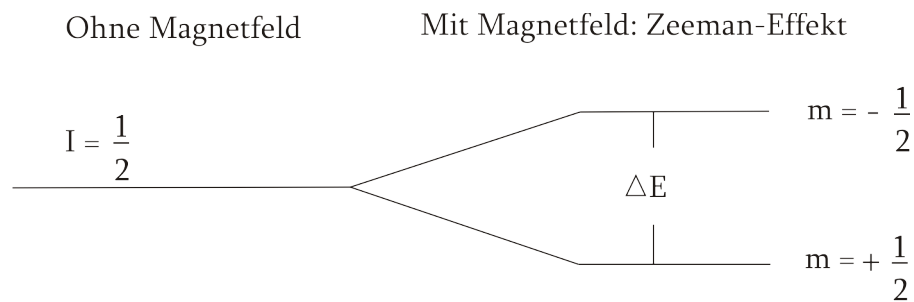


Abbildung 3: Zeeman-Aufspaltung

2.3 Dynamische Nukleonenpolarisation

Die Methode der dynamischen Nukleonenpolarisation nutzt die vergleichsweise hohe Polarisierbarkeit von Elektronen um deren Polarisation auf die Atomkerne zu übertragen. Allerdings stehen im normalen Atomverbund die Elektronen immer paarweise zueinander in Verbindung. Man muss dem Targetmaterial somit erst paramagnetische Elektronen beisetzen, um eine Polarisation zu erreichen. Hierfür werden im Allgemeinen zwei Methoden angewandt: Einerseits werden ionisierte Strahlen verwendet, um die paramagnetischen Elektronen durch Materialschädigung zu erreichen, andererseits werden dem Targetmaterial chemische Radikale beigemischt, die ein ungepaartes Elektron besitzen.

Eine ausführliche Beschreibung des ‘‘Solid State Effekt’’ ist in *Anhang B* einzusehen. Mit Hilfe dieses Modells ist leicht einzusehen, worin die Polarisationsübertragung von Elektronen auf Nukleonen begründet ist.[\[Abr61\]](#)

3 Magnetische Kernresonanz

Dieses Kapitel befasst sich zunächst mit der Entstehung einer makroskopischen Magnetisierung bei dem Anlegen eines Magnetfeldes an eine Probe. Ihr Verhalten

unter dem Einfluss dieses Feldes wird beschrieben und ihre Bewegungsgleichungen, die Bloch-Gleichungen, werden hergeleitet. Die Anwendung dieser Theorie wird in einer kurzen Zusammenfassung der üblichen NMR-Techniken (cw-NMR, gepulste NMR) geschildert.

3.1 Erklärung

Bei der magnetischen Kernresonanz (NMR) wird die zu untersuchende Probe in ein Magnetfeld von einigen Tesla geführt. Dies hat zur Folge, dass sich die Kernspins entweder parallel oder antiparallel zum angelegten Magnetfeld ausrichten. Die Besetzung der Niveaus gehorcht der Boltzmann-Statistik:

$$\frac{N_b}{N_a} = e^{-\frac{\Delta E}{k_B T}} \approx 1 - \frac{\Delta E}{k_B T} = 1 - \frac{\hbar \omega_L}{k_B T} \quad (11)$$

wobei N_b die Anzahl der Kerne im höherenergetischen Niveau und N_a die Anzahl derjenigen im niederenergetischen Niveau ist. k_B ist die Boltzmann-Konstante. Der Besetzungsunterschied der beiden Niveaus ist also recht klein, dennoch ist das Niederenergetische minimal bevorzugt, woraus eine kleine Polarisation resultiert.

Diese Polarisation hat eine effektive Magnetisierung entlang der Richtung von \vec{B}_0 zur Folge, die gegeben ist durch:

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_i^N \vec{\mu}_i \quad (12)$$

Nun kann Hochfrequenz eingestrahlt werden, was, bei richtig gewählter Frequenz, zu Übergängen zwischen den Zeeman-Niveaus führen kann. Die durch das Ausrichten der magnetischen Momente hergestellte Magnetisierung \vec{M} wird damit aus dem Gleichgewicht gebracht und präzediert daraufhin um \vec{B}_0 . Es handelt sich also um ein rotierendes Magnetfeld, welches senkrecht zu \vec{B}_0 ausgerichtet und somit in der Lage ist, in einer Spule eine Wechselspannung zu induzieren. Diese Wechselspannung kann gemessen und zur Verarbeitung an den PC weitergegeben werden.

Es stellt sich hierbei nun die Frage, wie das Hochfrequenzfeld, dass die Zeeman-Übergänge anregt, realisiert werden kann. Hierzu bringt man einen LC-Schwingkreis an der Probe an, dessen Resonanzfrequenz gerade der Larmorfrequenz der zu untersuchenden Kerne entspricht. Auf den genauen Aufbau wird später eingegangen. [\[He805, Rei94\]](#)

3.2 Verhalten der Magnetisierung im Magnetfeld

Will man die Bewegung der Magnetisierung genau beschreiben, geht man von der Bewegungsgleichung eines Drehimpulses im Magnetfeld aus:

$$\frac{d\vec{I}}{dt} = -\vec{\omega}_L \times \vec{I} = \vec{\mu} \times \vec{B}_0 \quad (13)$$

$$\Leftrightarrow \frac{d\vec{\mu}}{dt} = \vec{\omega}_L \times \vec{\mu} = \gamma(\vec{\mu} \times \vec{B}_0) \quad (14)$$

$$\Leftrightarrow \frac{d\vec{M}}{dt} = \vec{\omega}_L \times \vec{M} = \gamma(\vec{M} \times \vec{B}_0) \quad (15)$$

Im ersten Schritt wurden die Beziehungen $\vec{I} = \vec{L}$ und $\vec{\mu} = \gamma\vec{L}$ benutzt. Im zweiten Schritt wurde die Tatsache, dass sich \vec{M} im Wesentlichen durch die Mittelung der $\vec{\mu}$ über das Volumen ergibt, verwendet.

Das senkrecht zu \vec{B}_0 stehende Radiofrequenzfeld \vec{B}_{RF} hat die Form:

$$\vec{B}_{RF} = 2\vec{B}_1 \cos \omega t \quad (16)$$

Man bringt es allerdings nicht direkt in die Bewegungsgleichungen ein, da die daraus resultierende Zeitabhängigkeit nur hinderlich wäre.

Es wird stattdessen ausgenutzt, dass dieses linear polarisierte Feld als Superposition von zwei entgegengesetzt rotierenden Feldern gleicher Amplitude dargestellt werden kann:

$$\vec{B}_{RF} = \vec{B}_{RF_1} + \vec{B}_{RF_2} = \begin{pmatrix} B_1 \cos \omega t \\ B_1 \sin \omega t \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} B_1 \cos \omega t \\ -B_1 \sin \omega t \\ 0 \end{pmatrix} \quad (17)$$

In der Praxis zeigt sich jedoch, dass nur die Komponente berücksichtigt werden muss, die sich in dieselbe Richtung wie die magnetischen Momente im Magnetfeld bewegt. Die Begründung hierfür wird durch einen Übergang in das rotierende Bezugssystem deutlich. Diese Methode wird in *Anhang C.1* beschrieben.

Für das gesamte resultierende Magnetfeld folgt:

$$\vec{B}_0 = \begin{pmatrix} B_1 \cos \omega t \\ -B_1 \sin \omega t \\ B_0 \end{pmatrix} \quad (18)$$

Setzt man diese Beziehung nun in Gleichung (15) ein, erhält man für die einzelnen

Komponenten der Magnetisierung:

$$\frac{d}{dt}M_x = \gamma(M_y B_0 + M_z B_1 \sin\omega t) \quad (19)$$

$$\frac{d}{dt}M_y = \gamma(M_z B_1 \cos\omega t - M_x B_1 \sin\omega t) \quad (20)$$

$$\frac{d}{dt}M_z = \gamma(-M_x B_1 \sin\omega t - M_y B_1 \cos\omega t) \quad (21)$$

3.2.1 Die Bloch-Gleichungen

Die bisher gewonnenen Bewegungsgleichungen der Magnetisierungskomponente können keine vollständig korrekte Beschreibung für die Bewegung der Magnetisierung im Magnetfeld sein. Die durch sie beschriebene Präzession würde beliebig lange weiterlaufen, was den experimentellen Befunden widerspricht. Man stellt hingegen fest, dass nach längerer Zeit eine parallel zum Magnetfeld ausgerichtete Magnetisierung $\vec{M} \parallel \vec{B}$ aufgebaut wird. Dieser Effekt heißt Relaxation und wird in *Anhang C.2*, ebenso wie der Einfluss der Relaxation auf die Bewegungsgleichungen der Magnetisierung, detailliert beschreiben.

Die Relaxationskorrekturen lassen sich in die bereits gefundenen Differentialgleichungen einbringen:

$$\frac{d}{dt}M_x = \gamma(M_y B_0 + M_z B_1 \sin\omega t) - \frac{M_x}{T_2} \quad (22)$$

$$\frac{d}{dt}M_y = \gamma(M_z B_1 \cos\omega t - M_x B_1 \sin\omega t) - \frac{M_y}{T_2} \quad (23)$$

$$\frac{d}{dt}M_z = \gamma(-M_x B_1 \sin\omega t - M_y B_1 \cos\omega t) - \frac{M_0 - M_z}{T_1} \quad (24)$$

Dies sind nun die Bloch-Gleichungen, die die Bewegung der (makroskopischen) Magnetisierung beschreiben. Ihre Bedeutung lässt sich nach einem Übergang in das rotierende Koordinatensystem näher untersuchen:

$$\frac{d}{dt}M_x^{rot} = (\gamma B_0 - \omega)M_y^{rot} - \frac{M_x^{rot}}{T_2} \quad (25)$$

$$\frac{d}{dt}M_y^{rot} = -(\gamma B_0 - \omega)M_x^{rot} + \gamma B_1 M_z^{rot} - \frac{M_y^{rot}}{T_2} \quad (26)$$

$$\frac{d}{dt}M_z^{rot} = -\gamma B_1 M_y^{rot} - \frac{M_z^{rot} - M_0}{T_1} \quad (27)$$

Die Summanden, in denen man B_0 findet, beschreiben die Präzession der transformierten Magnetisierung um den z-Anteil des Magnetfeldes. Die Summanden, die B_1 beinhalten, stellen die Bewegung dieser Magnetisierung um die x-Achse des rotierenden Koordinatensystems dar. Die verbleibenden Summanden, die die Relaxationszeiten

beinhalten, beschreiben auch hier wieder die Relaxationsprozesse.[Sut03, Heß05]

3.3 Continuous-wave-/gepulste NMR

Man unterscheidet zwei wesentliche NMR-Techniken voneinander. Die ursprüngliche und auch in dieser Bachelorarbeit verwendete Methode ist die continuous-wave-Technik (cw-NMR). Hierbei wird kontinuierlich Hochfrequenz eingestrahlt, die nahe an der Kernlarmorfrequenz liegt. Es ergeben sich zwei Möglichkeiten, die Resonanzbedingung nachzuweisen: Entweder wird die Feldstärke, die die Probe umgibt, variiert, oder man ändert die Frequenz der Strahlung. Für die vorliegende Bachelorarbeit wird auf die zweite Methode zurückgegriffen, wobei während des Einstrahlens der Radiofrequenzen gleichzeitig die Änderung der Spulenimpedanz aufgenommen wird, um einen Signalverlauf darstellen zu können und gegebenenfalls den Resonanzfall nachzuweisen.

In der heutigen Zeit wird aber der gepulsten NMR der Vorzug gegeben. Ein kurzer Hochfrequenzpuls mit großer Leistung bringt dabei die makroskopische Magnetisierung aus dem Gleichgewicht. Die Dauer dieses Pulses liegt im Mikrosekunden-Bereich. Während des Relaxationsprozesses wird das Abklingen der Transversalmagnetisierung detektiert, indem man die in der Spule induzierte Spannung misst. Diese Technik ist deutlich schneller und zeichnet sich durch ein gutes Signal/Rausch-Verhältnis aus.

4 Messaufbau

Um nachvollziehen zu können, welche apparativen Eigenschaften im Laufe der Arbeit verändert wurden, wird eingangs der üblicherweise verwendete Aufbau geschildert, woran eine Beschreibung der eigentlichen Aufgabe dieser Bachelorarbeit, die tomographische Darstellung von Magnetresonanzsignalen, anschließt. Daraufhin werden die zur Signalverarbeitung benötigten Komponenten beschrieben. Am Ende dieses Kapitels befindet sich dann eine Abfolge der vorgenommenen Veränderungen zur Abstimmung des Aufbaus.

4.1 Standard-Aufbau

Der bereits an der Ruhr-Universität Bochum vorhandene Aufbau, den es zu optimieren gilt, sieht vor, dass die eingestrahlte Hochfrequenz durch eine Impedanz, die aus einem Kondensator, einem Widerstand und einer Spule besteht, läuft. Die Spule ist dabei um den Probenhalter gewickelt und wird mit einem Koaxialkabel, das aus dem Kryostaten heraus führt, mit den anderen Bauteilen verbunden. Das Koaxialkabel muss eine Länge

von $n \cdot \frac{\lambda}{2}$ haben. Dieser Aufbau wird Q-Meter genannt, da er die Änderung des Gütewertes Q misst.

Spule und Kondensator bilden gemeinsam einen LC-Schwingkreis, dessen Resonanzfrequenz nahe der Kernlarmorfrequenz liegt. Mit dem Aufbau eines solchen Schwingkreises befassen sich die Kapitel 4.4.1 - 4.4.3.

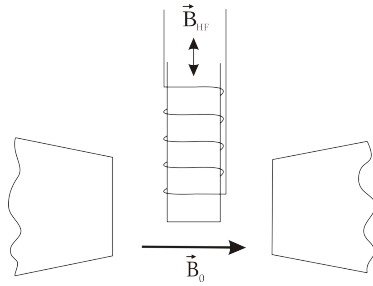


Abbildung 4: Einstrahlung eines Hochfrequenzfeldes in die sich im stationären Magnetfeld befindende Probe

Die Aufgabe der Spule ist es einerseits, das hochfrequente Wechselfeld einzustrahlen, und andererseits, die Veränderung der Magnetisierung aufzunehmen. Hierfür ist natürlich zu beachten, dass das Magnetfeld der Spule senkrecht zum äußeren Magnetfeld \vec{B}_0 steht. Ändert sich die Magnetisierung, hat dies eine Änderung der Induktivität L zur Folge:

$$L(\omega) = L_0(1 + 4\pi\eta\chi(\omega)) \quad (28)$$

L_0 bezeichnet hier die Induktivität der leeren Spule, η den Füllfaktor, der von dem Spulenvolumen und dessen mit Material gefüllten Anteil abhängt, und $\chi(\omega)$ die (komplexwertige) Suszeptibilität, die gegeben ist durch:

$$\chi(\omega) = \chi'(\omega) - i\chi''(\omega) \quad (29)$$

Für die Impedanz der Spule erhält man also:

$$\begin{aligned} Z(\omega) &= R + i\omega L(\omega) \\ &= R + i\omega L_0(1 + 4\pi\eta\chi(\omega)) \\ &= \underbrace{R + \omega L_0 4\pi\eta\chi''(\omega)}_{Z_R} + i \underbrace{\omega L_0(1 + 4\pi\eta\chi'(\omega))}_{Z_L} \end{aligned} \quad (30)$$

Der Imaginärteil der Suszeptibilität trägt zum Realteil der Spuleninduktivität bei, der Realteil der Suszeptibilität hingegen nur zum Blindwiderstand. Die Vorgänge im Probenmaterial haben also Einfluss auf die Schwingkreisgüte. Dieser Einfluss wird anhand der Leistungsänderung im Schwingkreis beschrieben, den man als Spannungsänderung

misst (I_0 ist hier der Spulenstrom):

$$\begin{aligned}\Delta W &= \frac{I_0}{\sqrt{2}} \cdot \frac{\Delta U}{\sqrt{2}} \\ &= \frac{1}{2} \Delta R I_0^2 \\ &= \frac{1}{2} I_0^2 \omega L_0 4\pi\eta\chi''\end{aligned}\tag{31}$$

Die Änderung der Leistung im Schwingkreis ist also proportional zum imaginären Anteil der Spulen-Suszeptibilität und damit auch zur Änderung der Magnetisierung der Probe. Die Polarisation wird definiert über

$$P = const \cdot \int_{\Delta\omega} \chi''(\omega) d\omega\tag{32}$$

und ist somit proportional zur Fläche unter der Resonanzkurve. Die Konstante ist von der Messapparatur und vom Probenmaterial abhängig.

Bei der NMR-Messung wird die eingestrahlte Hochfrequenz in einem Intervall $\Delta\omega$ um die Kernlarmorfrequenz variiert und der dazugehörige Spannungsabfall in der Spule gemessen. $\Delta\omega$ sollte dabei so gewählt werden, dass es die erwartete Breite der Resonanzlinie komplett überdeckt. Verwendet man Protonen in einem Festkörper, wird $\Delta\omega$ meistens auf 500 kHz gesetzt. Das Frequenzintervall wird daraufhin mehrfach komplett durchlaufen. Diese Durchgänge werden "sweeps" genannt. Während jedes sweeps werden 500 Spannungsmessungen durchgeführt und die Signale in separaten Kanälen gespeichert. Um ein optimales Signal/Rausch-Verhältnis zu erhalten, belässt man es nicht bei einem sweep, sondern führt n sweeps durch und akkumuliert die Messungen. Das hat zur Folge, dass das Signal mit dem Faktor n ansteigt, der Fehler hingegen nur mit \sqrt{n} .

Ein weiterer Schritt zur Verbesserung der aufgenommenen Signale ist das Bilden eines so genannten "Abzugs". Hierbei wird das Magnetfeld einmal aus dem Resonanzbereich herausgefahren und der Abzug aufgenommen, der von jedem weiteren aufgenommenen Signal abgezogen wird. Da das Resonanzsignal beim Bilden des Abzugs nicht mitgemessen wird, entsteht eine von der Apparatur und der Umgebung charakterisierte Grundlinie.

Die so aufgenommenen Signale werden gespeichert und können an ein bildgebendes Programm weitergegeben werden.[\[Rei94, Cou01\]](#)

4.2 Ortsauflösung mit Gradientenfeld

Mit der bisher beschriebenen Vorgehensweise kann man nachweisen, welche Art von Probe kernmagnetisch untersucht wurde. Allerdings kann man noch keine Aussage darüber

treffen, an welchem Ort sich diese Probe befindet, oder ob man sogar mehrere gleichartige Proben untersucht hat. Gerade für den letzten Fall ist es interessant zu untersuchen, wie die Proben räumlich zueinander stehen. Schließlich erhält man nur einen NMR-Peak für alle Regionen im Probenhalter, die denselben Spin besitzen. Eine Ortsauflösung ist ein kleiner Schritt in Richtung der medizinischen Bildgebung.

Um also zwei Signale räumlich voneinander trennen zu können, muss man dafür sorgen, dass das (ursprünglich örtlich konstante) Magnetfeld B_0 örtlich variiert wird. Dies wird durch einen linearen Magnetfeldgradienten ermöglicht, welcher von zwei Gradientenspulen induziert wird, da diese Spulen entgegengesetzt von einem Strom I_{grad} durchflossen werden.

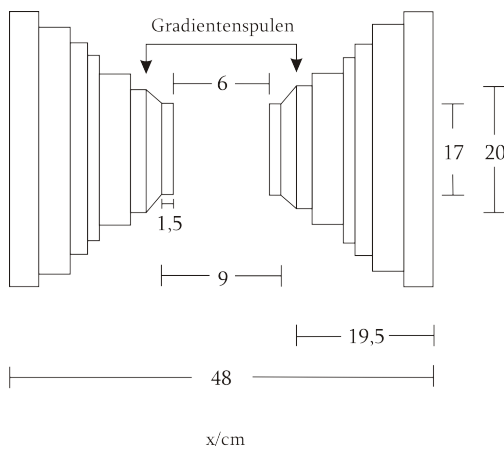


Abbildung 5: Skizze der aus Hauptmagneten und Gradientenspulen bestehenden Anordnung zur örtlichen Auflösung

Gleiche Spins, die sich aber an verschiedenen Orten befinden, besitzen daraufhin verschiedene Resonanzfrequenzen. Man spricht hierbei von einer Frequenzkodierung.

Um nun aber ein zweidimensionales Bild zu erhalten, auf dem die Proben in ihren realen örtlichen Beziehungen zueinander stehen, muss noch die sogenannte Rückprojektion erfolgen. Dies bedeutet, dass man den Winkel zwischen Objekt und Gradient verändert, so dass für jeden Winkel ein Frequenzspektrum generiert wird. Am PC werden die so erzeugten Spektren übereinandergelegt und erzeugen das zweidimensionale NMR-Bild.

Will man z. B. zwei Protonensignale voneinander trennen, muss man zunächst die Signalverbreiterung durch die Magnetfeldinhomogenität berücksichtigen. Diese liegt bei ca. $2 \cdot 10^{-5}$, was also zu einer Signalverbreiterung der Larmorfrequenz um $\Delta f = f_0 \cdot 2 \cdot 10^{-5} = 2,126 \text{ kHz}$ führt ($f_0 = 106,3 \text{ MHz}$ bei $B_0 = 2,5 \text{ T}$). Zwei nebeneinander liegende Signale müssen also aufgrund dieser Verbreiterung gerade $2 \cdot 2,126 \text{ kHz} = 4,252 \text{ kHz}$ voneinander entfernt sein, um getrennt voneinander gemessen werden zu können. Um dies mit den Gradientenspulen zu ermöglichen, benötigt man ein Gradientenfeld von:

$$B_{grad} = \frac{2 \cdot f_0 \cdot 2 \cdot 10^{-5}}{f_0} \cdot 2,5 \text{ T} = 4 \cdot 10^{-5} \cdot 2,5 \text{ T} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ T} = 0,1 \text{ mT} \quad (33)$$

In der medizinischen Bildgebung benötigt man allerdings eine örtliche Auflösung in allen

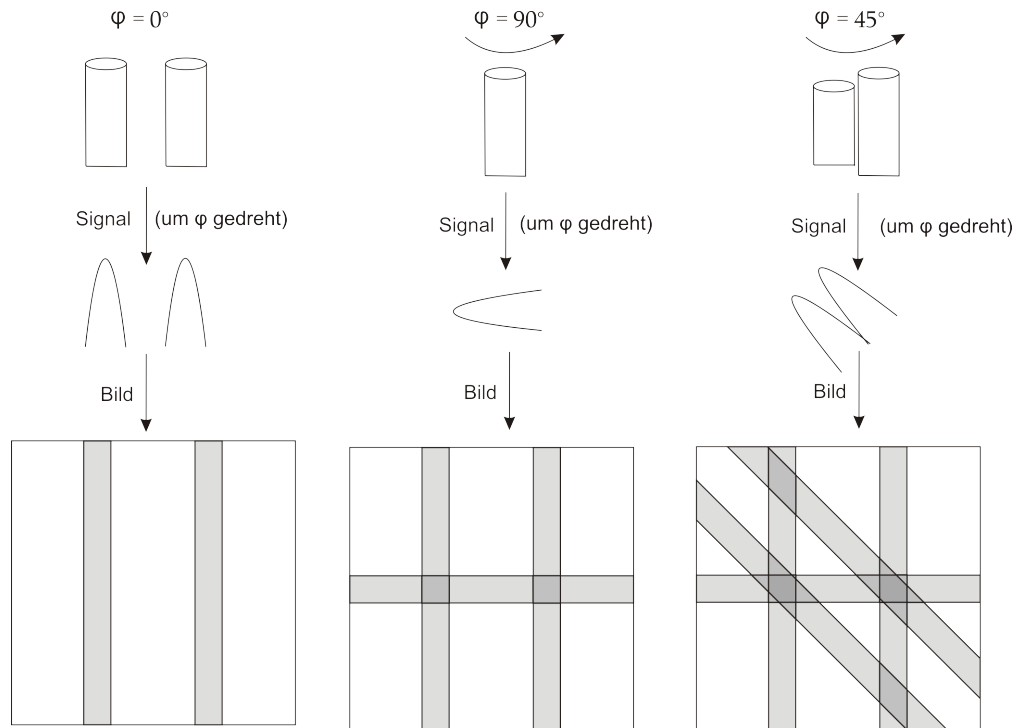


Abbildung 6: Methode der Ortsauflösung: Durch Frequenzkodierung und Rückprojektion entsteht ein Bild der Probenanordnung

drei Raumdimensionen, was nicht mehr mit einem linearen Gradienten ermöglicht werden kann. Hierbei wird schließlich nur eine einzelne Schicht auf Resonanzen untersucht. Um jedoch eine dreidimensionale Aufnahme der Probe zu erhalten, müssten auch Gradienten in die zwei verbleibenden Raumrichtungen angelegt werden. Näheres zu dieser Methode in [Zyl08].

Bei den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Gradientenspulen handelt es sich um zwei Spulen mit je $n = 400$ Windungen. Der mittlere Abstand dieser Spulen zueinander beträgt $R = 7,5\text{cm}$, ihre Dicke beläuft sich auf $d = 1,5\text{cm}$. Die übrigen Bemaßungen sind der Abbildung zu entnehmen. Das Speisen dieser Spulen mit einem Strom von $I_{grad} = 2\text{A}$ hat an den Spulenden ein Magnetfeld von $B_{grad} = \pm 2,14\text{mT}$ zur Folge (die Vorzeichen hängen von der Polung des Stroms ab). Dies wurde mit einem Teslameter ermittelt. Zieht man nun den Abstand der beiden Spulenden $d = 6\text{cm}$ in

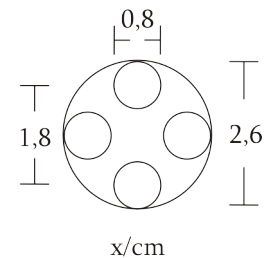


Abbildung 7: Skizze der in den Probenhalter eingelassenen Probenkammern

Betracht, so kann über

$$G_z = \frac{\Delta B}{\Delta x} = \frac{4,28mT}{6cm} = 71,33 \frac{mT}{m} = 0,7133 \frac{mT}{cm} \quad (34)$$

der magnetische Feldgradient berechnet werden. Geht man nun von einem Abstand der Probenkammern von ca. 1,8cm aus (dies wurde im Vorlauf der Messungen ermittelt), so wird deutlich, dass sich die Signale der in den Kammern befindlichen Proben bei $I_{grad} = 2A$ gut trennen lassen müssten, da das Magnetfeld zu Trennung zweier Signale mindestens $B_{grad} = 0,1mT$ betragen sollte, sich bei diesem Abstand aber bereits $B_{grad} = 0,7133 \frac{mT}{cm} \cdot 1,8cm = 1,2838mT$ realisieren lassen.

4.3 NMR-Elektronik

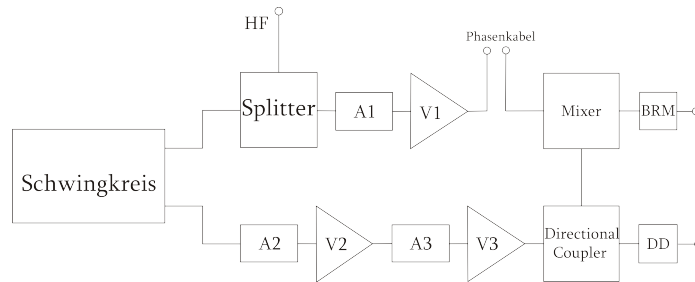


Abbildung 8: Schematischer Aufbau der Liverpool-NMR-Box

Bei der hier verwendeten Apparatur handelt es sich im Wesentlichen um die Liverpool-NMR-Box. Hierbei wird das Hochfrequenzsignal, das mit einem Frequenzgenerator erstellt wird, über einen Splitter geleitet, so dass es auf zwei Leitungen aufgeteilt wird.

Ein Teil des Signals verläuft anschließend in den Schwingkreis, wo dann die Kerne der Probe aus dem Gleichgewicht gebracht werden. Wie in 4.1 beschrieben, kommt es zu Spannungsänderungen in der Spule, die gemessen werden können. Dazu werden sie durch zwei Abschwächer-Verstärker-Paare geleitet. Der erste Abschwächer setzt das Signal um -10dB zurück, der darauf folgende Verstärker liefert 24dB. Anschließend wird das Signal erneut um -4dB gesenkt und um 20dB verstärkt, bevor es in einen Richtkoppler läuft. Dieser koppelt einen Teil des Signals aus und leitet es in einen Mischer. Der verbleibende Teil des Signals wird an den Diodendetektor weitergegeben.

Die zweite Leitung, die den Splitter verlässt, beinhaltet das ursprüngliche Hochfrequenzsignal, welches als Referenzsignal verwendet wird. Es durchläuft einen -6dB-Abschwächer und einen 20dB-Verstärker. Das anschließende Phasenkabel

muss so gewählt werden, dass zwischen Referenzsignal und Schwingkreissignal keine Phasenverschiebung auftritt. Im Mischer, der als phasensensitiver Detektor fungiert, treffen die beiden Signale wieder aufeinander. Auf diesen Detektor folgt ein Niederfrequenzverstärker und ein angepasster Gleichrichter, dessen Ausgangssignal schließlich an den PC geleitet werden kann.

Der zweite Detektor, der Diodendetektor, nimmt zunächst die gesamte Amplitude des einlaufenden Signals auf. Diese wird auf zwei Leitungen aufgeteilt: Die nach unten verlaufende Leitung mündet in einer Diode, die nur die obere Hälfte des hochfrequenten Eingangssignals passieren lässt. Die nach oben verlaufende Leitung endet in einer Diode, die die Halbwellen des Signals "umklappt" und anschließend ebenfalls nur die obere Hälfte durchlässt. Beide Halbwellen verlaufen durch jeweils einen Tiefpass, der das gesamte Trägersignal entfernt. Man erhält so die ursprünglichen Modulationssignale, die jedoch gleichgerichtet und geglättet sind. Sie werden am Ende des Diodendetektors in einem Operationsverstärker subtrahiert und das Differenzsignal wird verstärkt, bevor es den Detektor verlässt. Nach einem zugehörigen Niederfrequenzverstärker und einem Gleichrichter kann auch dieses Signal mit dem PC detektiert werden. [Rei94]

4.4 Entwicklung

Vor Beginn der Bachelorarbeit wurde bereits ein Probeneinsatz angefertigt, der es möglich machte, den sich am unteren Ende befindenden Probencontainer 360° um die Drehachse zu drehen, was später zur örtlichen Auflösung der Resonanzlinien dienen sollte. Der zur NMR benötigte Schwingkreis war noch nicht vollständig angebracht, jedoch war die NMR-Spule bereits um den Probencontainer, in dem vier Kammern zum

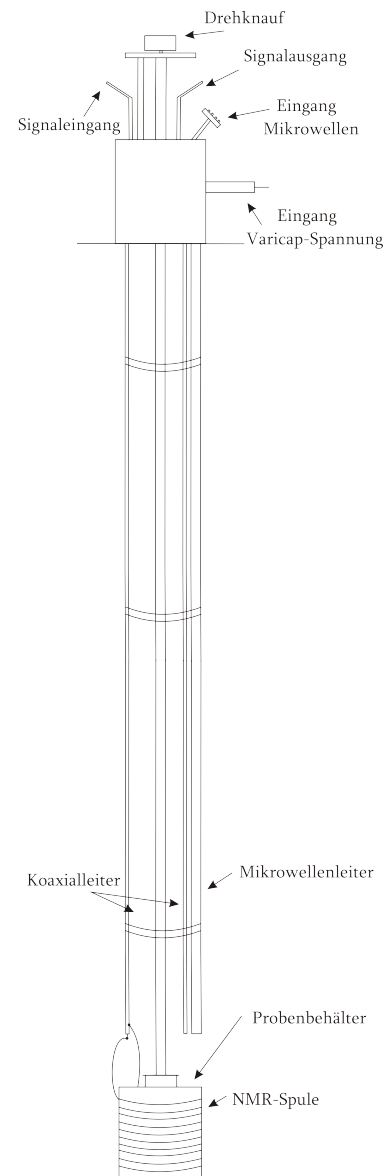


Abbildung 9: Skizze des verwendeten Probeneinsatzes

Befüllen mit Proben eingelassen waren, gewickelt.

Die Anzahl der Spulenwindungen belief sich zu Beginn der Arbeit auf $n = 10$. Zur Stabilität waren Spule und Probencontainer von einem kleinen Kupferkorb umgeben. Der Korb war von innen mit Teflon isoliert, so dass Leitungseffekte mit der Umgebung ausgeschlossen wurden. Die Spule ist an einen Edelstahl-Koaxialleiter gelötet, der bis zum Deckelflansch läuft. Parallel dazu verläuft ein zweiter Koaxialleiter.

In der Mitte des Einsatzes befindet sich die Drehachse der Anordnung. Ein seitlich angeordnetes Edelstahlrohr dient zur direkten Leitung von Mikrowellen in die Probe. Dies ist notwendig zur dynamischen Nukleonenpolarisation des Probenmaterials.

Zusätzlich wurden später auch sämtliche Außenleiter miteinander verbunden um für eine gemeinsame Erdung zu sorgen und ein zusätzlicher Widerstand von $R = 50\Omega$ hinzu gelötet, um Reflexionen zu vermeiden.

4.4.1 Aufbau des Schwingkreises

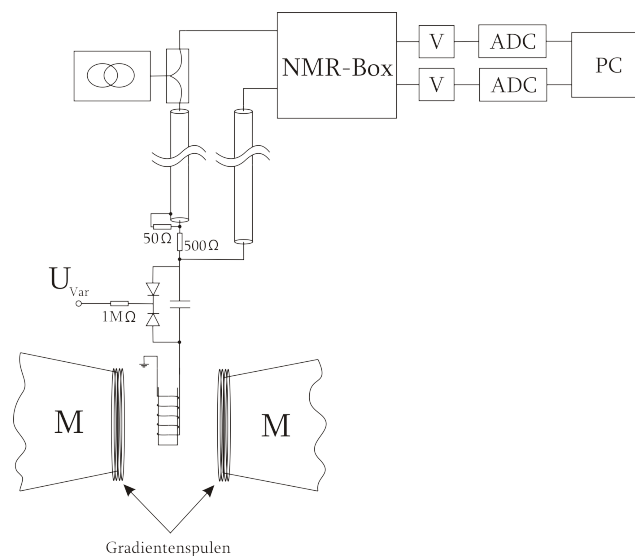


Abbildung 10: Aufbau der Messanordnung

Nach einigen Übungen im Umgang mit den gegebenen Materialien und Apparaturen bestand die erste Aufgabe der Bachelorarbeit darin, einen Schwingkreis herzustellen, dessen Resonanzfrequenz bei ca. 106 MHz liegen sollte. Dieser Schwingkreis sollte sich möglichst in der Nähe der NMR-Spule befinden, um Leistungsverluste und das Empfangen von Störsignalen in den Leitungen zu verhindern. Auch sollte so eine hohe Güte des Schwingkreises sichergestellt werden, damit das Signal der Protonen mit möglichst geringen Verlusten in ein elektrisches Signal umgewandelt wird.

Die Spule war bereits gegeben, als Kapazität diente eine Varicap-Diode, an die man eine Spannung von 0V - 10V anlegen kann. Je nach gewählter Spannung variiert die von der Varicap gebildete Kapazität zwischen 60pF und 660pF. Der genaue Verlauf der Kapazitäten in Abhängigkeit der Varicap-Spannung ist in *Anhang D* einzusehen. Der Schwingkreis sollte Abbildung 10 entsprechen.

Um nun zu berechnen, welche Kapazität benötigt wird, um bei der gegebenen Spule eine Resonanzfrequenz von 106 MHz zu erreichen, bedient man sich der bekannten Thomson-Formel:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (35)$$

Dazu muss allerdings die Induktivität der Spule bekannt sein. Mit einem LC-Meter wurde diese Induktivität zu $L = 3,9\mu\text{H}$ bestimmt. Daraus würde eine Kapazität von $C = 38,7\text{pF}$ folgen. Leider ist diese Kapazität nicht allein mit der Varicap-Diode erreichbar. Natürlich ist hier anzumerken, dass die Thomson-Formel in diesem Fall nur als grobe Richtlinie dienen kann, da die Messung der Induktivität nicht vollkommen exakt geschehen ist und auch die gesamte Anordnung die Resonanzen in ihrer Lage beeinflusst. Auch wäre die Güte eines aus diesen Komponenten bestehenden Schwingkreises mit

$$Q = \frac{1}{R}\sqrt{\frac{L}{C}} = \frac{1}{6\Omega}\sqrt{\frac{3,9\mu\text{H}}{38,7\text{pF}}} = 52,91 \quad (36)$$

recht hoch. Es werden stattdessen Werte zwischen $Q = 10$ und $Q = 20$ erwartet.

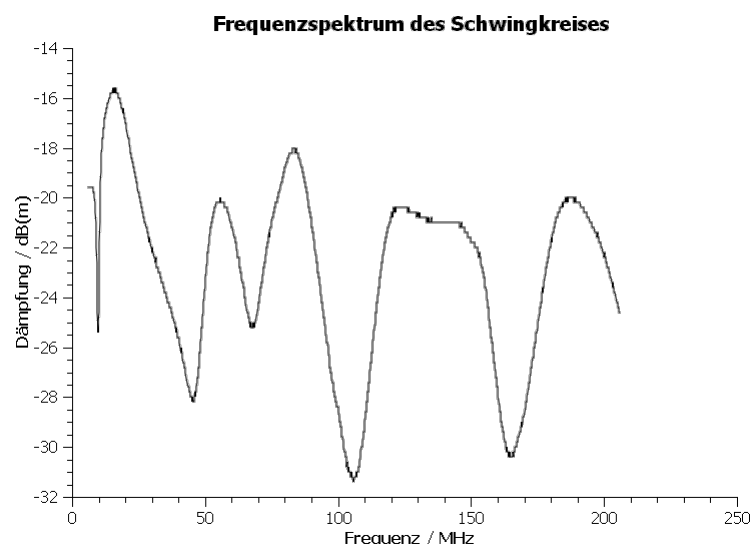


Abbildung 11: Spektrum des auf 106,3MHz abgestimmten Schwingkreises

Die gemessene Induktivität war leider viel größer als erwartet ($L_{theor} \approx 200\text{nH}$), was dazu

fürte, dass die mit der Thomson-Formel ermittelte Kapazität nur als grober Richtwert angenommen wurde. Bei der Abstimmung des Schwingkreises griff man daher darauf zurück, die Lage der Resonanzfrequenz mit einem Spectrum-Analyzer zu beobachten. Dieses Gerät trägt das aufgenommene Signal nicht gegen die Zeit auf, wie es bei einem Oszilloskop der Fall ist, sondern bildet das gesamte Frequenzspektrum ab. Die Signalstärke wird in dBm angegeben. So kann man leicht beobachten, wie die Lage des Resonanzpeaks von Veränderungen am Schwingkreis abhängt. Dabei befindet sich der Resonanzpeak bei der Frequenz, bei der nahezu die komplette Leistung der Hochfrequenz vom Schwingkreis absorbiert wird. Ohmsche Verluste verhindern dabei die totale Leistungsabsorption. Es bildet sich aber ein steiles Minimum bei $f = f_0$ auf dem Spectrum-Analyzer.

4.4.2 Verändern der Kapazität

Um die für den Schwingkreis erforderte Kapazität zu erreichen, wurde die Kapazität der Varicap-Diode durch das serielle Hinzuschalten von weiteren Kondensatoren verringert. Während dieses Vorgangs wurde die Lage der Resonanzfrequenz mit einem Spectrum-Analyzer beobachtet.

Durch simples Ausprobieren mehrerer Kondensatoren fand man schließlich mit Hilfe des Analyzers, dass eine Kombination von 101pF, 33pF und der bei $U_{var} = 4V$ betriebenen Varicap-Diode (dies entspricht $C_{var} = 65pF$, siehe *Anhang D*) die Resonanzfrequenz bei $f = 106MHz$ liefert. Allerdings wurde schnell klar, dass dies keine optimale Anordnung für NMR-Messungen sein konnte: Die Anordnung der Kapazitäten bildete nämlich eine zweite, dominante Induktivität, so dass nicht mehr die gesamte Leistung des Schwingkreises an der NMR-Spule abfallen konnte. Außerdem wies der so erstellte Schwingkreis mehrere Resonanzen auf, so dass nicht entschieden werden konnte, welche dieser Resonanzen die Hauptresonanz war. Die Möglichkeit, C zu verändern um die Resonanzfrequenz auf 106MHz zu "schieben" entfiel also.

4.4.3 Verändern der Induktivität

Die nächste Möglichkeit den Schwingkreis abzustimmen besteht darin, die Induktivität zu verringern, so dass nur die durch die Varicap gegebene Kapazität im Schwingkreis verwendet werden kann. Da aber nicht bekannt war, wie viele Windungen die NMR-Spule besaß, blieb als einzige Lösung, den Schwingkreis wieder an den Spectrum-Analyzer anzuschließen und eine Spulenwindung nach der anderen zu entfernen, bis man die Resonanz in die Nähe der benötigten 106 MHz gebracht hatte.

Die anschließende Feinabstimmung wurde durch das Verändern der Varicap-Spannung vorgenommen. Auf diese Weise war es tatsächlich möglich, durch das Entfernen von 8 Windungen die Resonanzfrequenz $f_0 = 106$ MHz einzustellen.

Zur Optimierung dieses Aufbau wurde der die NMR-Spule umgebende Kupferkorb von einem Mitarbeiter der Feinmechanischen Werkstatt entfernt, so dass man die Spulenwindungszahl $n = 2$ ermitteln konnte. Da die beiden

Windungen aber nicht gleichmäßig um den Probenhalter gewickelt waren, wurde die Spule komplett abgelötet und aus Silberdraht eine neue Spule mit 2 Windungen gefertigt, welche daraufhin mit einem Teflonschlauch isoliert wurden. Somit wurde das Anbringen des Kupferkorbs überflüssig und Änderungen an der Spule konnten ohne großen Aufwand durchgeführt werden.



Abbildung 12: Foto des Targetbehälters

5 Messungen

Um die Funktionalität der Anordnung zu testen, wurden mehrere Messungen mit verschiedenen Parametern durchgeführt. Diese Messungen werden in diesem Kapitel beschrieben und die Ergebnisse in einer kurzen Zusammenfassung dargestellt.

5.1 Messung mit n-Butanol + Tempo

Für eine erste Messung von Protonensignalen bot sich mit Tempo-Radikalen versetztes n-Butanol an. Die Relaxationszeiten der Protonen werden dabei so verkürzt, dass man deutliche NMR-Signale von ihnen erwartet. Es ist zu beachten, dass genau 0,5% der Mischung aus Tempo-Radikalen bestehen darf, so dass für den ersten Versuch eine Mischung von 11,686 g mit 0,568 g Tempo-Anteil hergestellt wurde.

Wie bereits erwähnt, sollte das verwendete Kabel zwischen Spule und Kondensator optimalerweise eine Länge von $l = n \cdot \frac{\lambda}{2}$ haben. Bei den verwendeten Kabeln handelt es sich um "semi rigide cables", in denen die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Hochfrequenz 70% der Lichtgeschwindigkeit beträgt. Mit dieser Information lässt sich über $0,7 \cdot c = \lambda \cdot f \iff \lambda = \frac{0,7 \cdot c}{f}$ die Wellenlänge des Signals in den Kabeln und daraus mit der

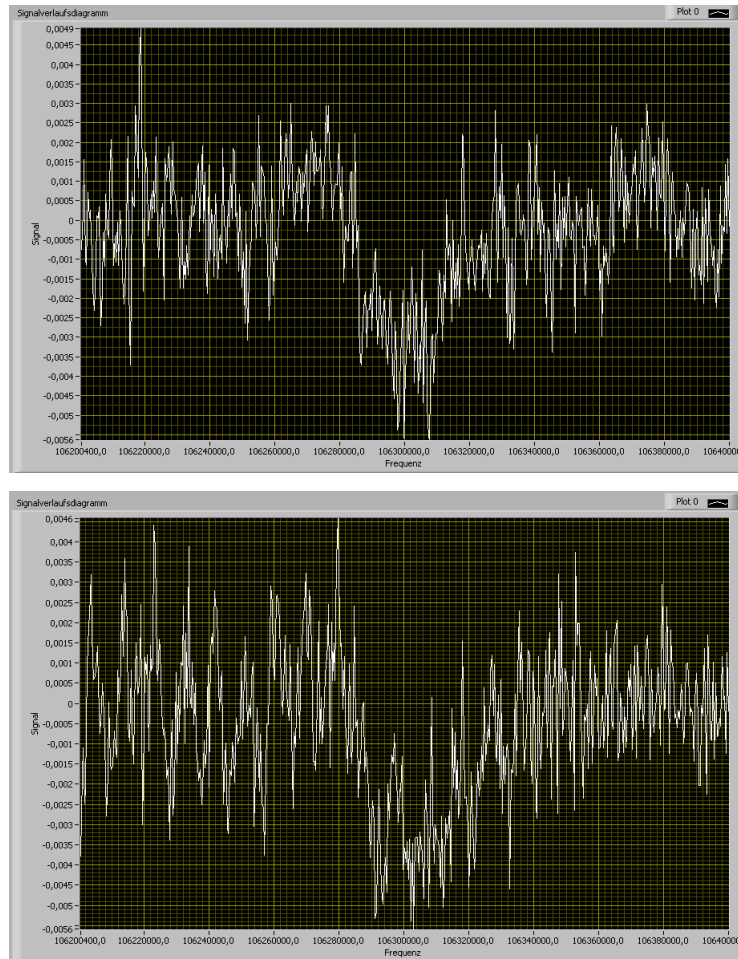


Abbildung 13: Signale von Tempo-dotiertem n-Butanol bei $I_{grad} = 0,4A$ und $I_{grad} = 0,7A$

Bedingung $l = n \cdot \frac{\lambda}{2}$ die notwendige Länge des Kabels berechnen. Für Protonen mit der Frequenz $f_0 = 106,3\text{MHz}$ muss demnach eine Kabellänge von $l = n \cdot \frac{1,98\text{m}}{2} = 0,99\text{m}$ (für $n = 1$) gegeben sein, was problemlos realisiert werden konnte.

Nach dem Füllen der Probenkammern mit der Probe wurde der Kryostateinsatz in den Kryostaten geführt und das Magnetfeld hochgefahren. Erste NMR-Messungen zeigten aber, dass das detektierte NMR-Signal sehr schwach war.

Auch das Hinzuschalten des Gradientenfelds mit verschiedenen Stromstärken ($I_{grad} = 0,4A$, $I_{grad} = 0,7A$) zeigte, dass die Apparatur noch nicht optimal funktionierte, was sich darin äußerte, dass die aufgenommenen Signale in keinsten Weise voneinander zu trennen waren. Des Weiteren war das Signal-Rausch-Verhältnis äußerst schlecht. Die NMR-Spule mit zwei Windungen schien nicht sensitiv genug zu sein, um die NMR-Signale ausreichend gut aufzunehmen. Um dieses Problem zu lösen, ging man zu einer neuen Probe über, von der man aus Erfahrung wusste, dass die von ihr ausgehenden NMR-Signale wesentlich schmaler und besser aufzunehmen sind.

5.2 Messung mit ${}^6\text{LiD}$

Um ${}^6\text{LiD}$ als Probe verwenden zu können, muss man den Schwingkreis derart modifizieren, dass er mit der Larmorfrequenz der Deuteronen $f_{0D} = 16,33\text{MHz}$ schwingt. Dies wird erreicht, indem man die Spule mit zwei Windungen durch eine mit vier Windungen ersetzt. Dies ist ein enormer Vorteil gegenüber der ersten Messung: Die Spule ist um einiges sensitiver, da das durch die Hochfrequenz eingestrahlte Signal stärker wird. Auch die Spannung, die von der Transversalmagnetisierung induziert wird, ist damit größer.

Des Weiteren ist ${}^6\text{LiD}$ mit Mikrowellen polarisierbar, so dass die Peaks schärfer ausgebildet sind. Hierfür werden Mikrowellen eingestrahlt, welche dafür sorgen, dass die hohe Elektronenpolarisation an die Nukleonen weitergegeben wird. Dies geschieht mit einer Gunnediode, die in der Lage ist, Mikrowellen von ca. 70GHz zu erzeugen, was der Larmorfrequenz von Elektronen entspricht.

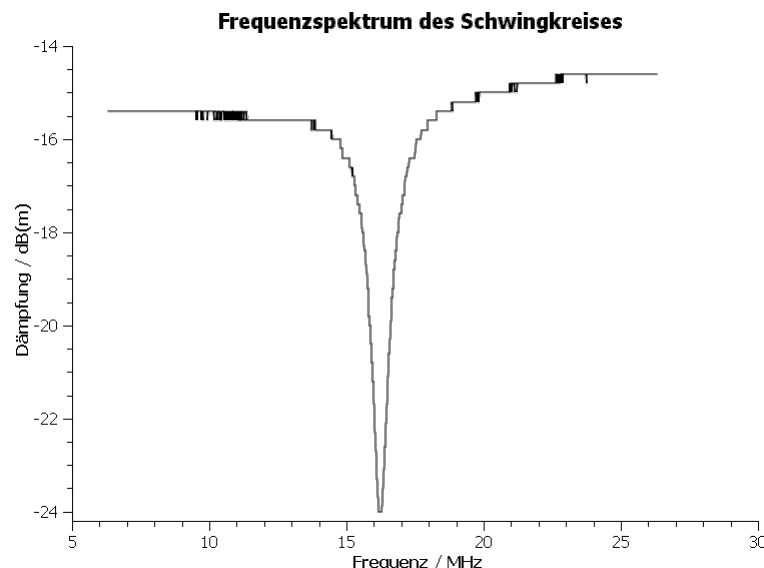


Abbildung 14: Spektrum des Schwingkreises, der für Messungen mit ${}^6\text{LiD}$ verwendet wurde. Die Windungszahl der NMR-Spule beträgt $n = 4$, die Varicap-Diode wird mit $U_{var} = 4\text{V}$ betrieben.

Allerdings ist die Messung mit dieser Probe nur bei tiefen Temperaturen durchführbar, so dass eine Kühlung mit flüssigem Stickstoff ($T = 77\text{K}$) nötig wird. Daraus ergibt sich jedoch das Problem, dass die Varicap-Diode nicht mehr verwendet werden kann, da sie bei diesen Temperaturen nicht mehr arbeitet[Sem96]. Demzufolge muss man auf eine externe Varicap-Diode zurückgreifen, die sich in der NMR-Box befindet. Diese Diode kann über den PC abgestimmt werden.

Ein weiteres Problem stellt die Länge des Transferkabels dar. Im Fall von ${}^6\text{LiD}$ wäre eine Länge von $l = \frac{0,7 \cdot c}{2 \cdot f_D} = 6,42\text{m}$ für ein $\frac{\lambda}{2}$ -Kabel nötig (siehe 5.1), was aber zu lang ist um

problemlos realisiert zu werden. Daher wurde weiterhin ein Kabel mit einer Länge von ca. $l = 1\text{m}$ gewählt und die entstehenden Störungen in Kauf genommen. Die Induktivität und Kapazität dieses Kabels haben nun einen viel größeren Einfluss auf die Parameter des Schwingkreises. Das Spektrum des für diese Messungen verwendeten Schwingkreises ist in Abbildung 14 einzusehen.

Um jedoch einen Eindruck von der Qualität dieses Schwingkreises zu erhalten, bietet sich eine Messung der Güte an. Dies ist einfach mit dem abgebildeten Spektrum des Schwingkreises über die Gleichung

$$Q = \frac{f_0}{B} \quad (37)$$

möglich. f_0 ist hierbei die bekannte Resonanzfrequenz des Schwingkreises, also die Larmorfrequenz der Deuteronen $f_{0D} = 16,33\text{MHz}$. B bezeichnet die Bandbreite, also die Differenz der beiden Grenzfrequenzen des Schwingkreises. Die Grenzfrequenzen sind die Frequenzen, an denen die "Grundlinie" des Spektrums um -3dBm abgesunken ist. Unter Zuhilfenahme des aufgenommenen Spektrums ergibt sich für die Bandbreite ein Werte von $B = 1,29\text{MHz}$. Demnach beträgt die Güte dieses Schwingkreises $Q = \frac{16,33\text{MHz}}{1,29\text{MHz}} = 12,66 \approx 13$, was, wie unter 4.4.1 erwähnt, ein realistischer Wert ist.

5.2.1 Messung bei $I_{grad} = 1\text{A}$

Nach dem Befüllen von zwei Probenkammern mit ${}^6\text{LiD}$ wurde eine erste Messung bei einer Magnetfeldstärke von $B_0 = 2,515\text{T}$ und einer Mikrowellenfrequenz von $\nu = 70,11\text{GHz}$ durchgeführt. Während jeder Messung wurden 250 sweeps aufgenommen. Die Signale waren deutlich steiler und schmaler, so dass direkt dazu übergegangen wurde, eine örtliche Auflösung mit einem Magnetfeldgradienten zu erreichen. Hierzu wurde an den Gradientenspulen ein Strom von $I_{grad} = 1\text{A}$ angelegt, wobei es sich um den größten mit dem vorhandenen Netzgerät erreichbaren Strom handelt. Ohne den Probenhalter im Kryostaten zu verdrehen wurde eine zweite Messung durchgeführt, welche aber auch wieder nur einen einzigen schmalen Peak lieferte. Die Vermutung lag nahe, dass sich die beiden, mit ${}^6\text{LiD}$ gefüllten Kammern gerade hintereinander befanden, so dass das Gradientenfeld gar keine Auflösung liefern konnte. Um diese Vermutung zu bestätigen, wurden der Probenhalter um 90° gedreht, so dass hier eine Aufspaltung des Signals in zwei Peaks erwartet und letztendlich auch erreicht wurde. Daraufhin wurden alle Winkel von 360° bis 0° in 45° -Schritten vermessen, wobei alle erhaltenen Signale den Erwartungen entsprachen. Die Signale wurden gespeichert und an ein bildgebendes Programm gegeben.

Leider stellte sich während der Auswertung mit einem, in LabVIEW geschriebenen,

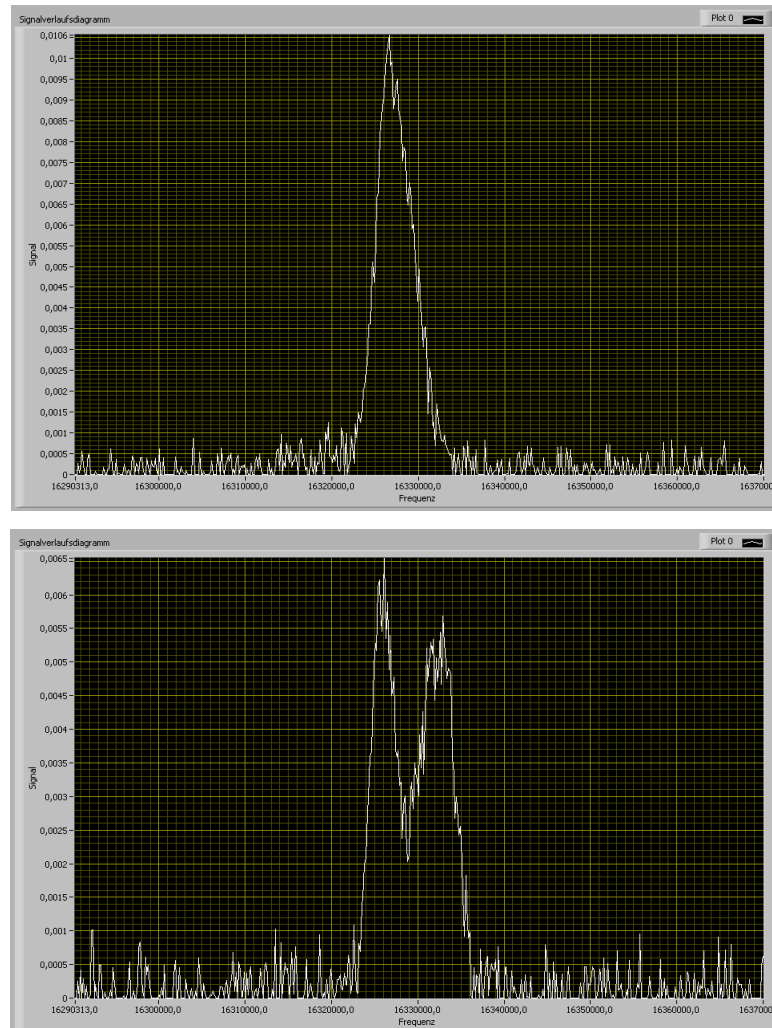


Abbildung 15: ${}^6\text{LiD}$ -Signal bei $I_{grad} = 1,0\text{A}$ und den Drehwinkeln $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$

Bildgebungsprogramm heraus, dass die Ortsauflösung noch nicht ausreichend gut war, um die zwei gefüllten Probenkammern auf dem PC-Bildschirm deutlich voneinander trennen zu können. Daher wurde die Mikrowellenfrequenz noch einmal leicht variiert ($\nu = 70,075\text{kHz}$) und eine neue Messreihe erstellt. Bei der Auswertung dieser Messreihe waren die Proben zwar immer noch nicht deutlich voneinander trennbar, allerdings hatte sich die Auflösung im Gegensatz zur vorherigen Messung verbessert.

5.2.2 Messung bei $I_{grad} = 1,5\text{A}$

Um die Ortsauflösung derart zu verbessern, dass die beiden Signale der Probe deutlich voneinander getrennt werden, ist eine Erhöhung des Gradientenfelds erforderlich. Diese ist aber bei den gegebenen Gradientenspulen nur möglich, wenn der Spulenstrom I_{grad} erhöht wird. Man erwartet eine deutliche Verbesserung bei $I_{grad} = 2\text{A}$. Der gemessene

Widerstand der beiden Spulen beträgt $R_{GS} = 90\Omega$, so dass die vom Netzgerät benötigte Gleichspannung $U = R \cdot I = 90\Omega \cdot 2A = 180V$ beträgt. Das in den vorangegangenen Messungen verwendete Netzgerät war aber nur in der Lage 60V bei 2A zu liefern. Daher musste auf ein anderes Gleichstrom-Netzgerät zurückgegriffen werden.

Dieses Gerät ermöglicht es, 200V bei 10A zu liefern und war somit als vollkommen ausreichend für die Messungen einzuschätzen. Bei der erzeugten Spannung handelt es sich allerdings um Wechselspannung, deren negative Halbwelle durch eine Diodenanordnung nach oben "geklappt" wird. Daher erzeugt es zwar nur positive Spannung, welche jedoch zwischendurch immer wieder auf $U = 0V$ absinkt. Um dies zu vermeiden wurden noch 2 Kondensatoren an das Gerät angeschlossen, welche die Spannung speichern. Fällt die Spannung im Gerät nun ab, geben diese Kondensatoren die gespeicherte Spannung ab und erhalten somit die vor dem Absinken anliegende Spannung. Das Ergebnis ist nahezu eine Gleichspannung.

Das Anschließen des Geräts an die Gradientenspulen zeigte jedoch, dass sich die Kondensatoren, die zur Glättung des Signals angebracht worden waren, nicht ordnungsgemäß entluden. Die Vermutung lag nahe, dass diese Kondensatoren mit den Gradientenspulen einen eigenen Schwingkreis bildeten, in dem sich die Spannungen regelrecht "hochschaukelten". Daher wurde die Verwendung dieses Netzgeräts als zu gefährlich für den gesamten Versuchsaufbau angesehen, da Schäden an den Messgeräten oder sogar den Gradientenspulen nicht auszuschließen waren. Es wurde auf ein hochwertigeres Netzgerät aus dem Dynamitron-Tandem-Labor übergegangen, welches bei 300V bis zu 2A liefern konnte. Sogar eine Stromstärke von 4A bei bis zu 150V war erreichbar.

Um bei diesen eingespeisten Leistungen eine Beschädigung der Gradientenspulen zu verhindern, muss die Temperatur an den Spulen ständig kontrolliert werden. Dies geschah mit einem PT-100 - einem stark temperaturabhängigen Widerstand, der bei 0°C gerade $R=100\Omega$ beträgt. Anhand der Widerstandsänderung kann also auf die Temperaturänderung geschlossen werden. Aus der Kennlinie des PT-100 (*Anhang E*) ersieht man, dass dieser Widerstand bei $T=100^\circ\text{C}$ $R=138\Omega$ beträgt. Daher kann jedem Widerstandswert ein Temperaturwert zugeordnet werden. Die Änderung des Widerstandes wurde während der Messung am PC beobachtet und es wurde darauf geachtet, dass der Widerstand, bzw. die Temperatur sich unterhalb von 124Ω , bzw. 60°C befand. Demnach musste nach jeder Messung gewartet werden, bis sich die Temperatur an den Spulen wieder gesenkt hatte, bevor eine neue Messung durchgeführt werden konnte (*Abb. 16*).

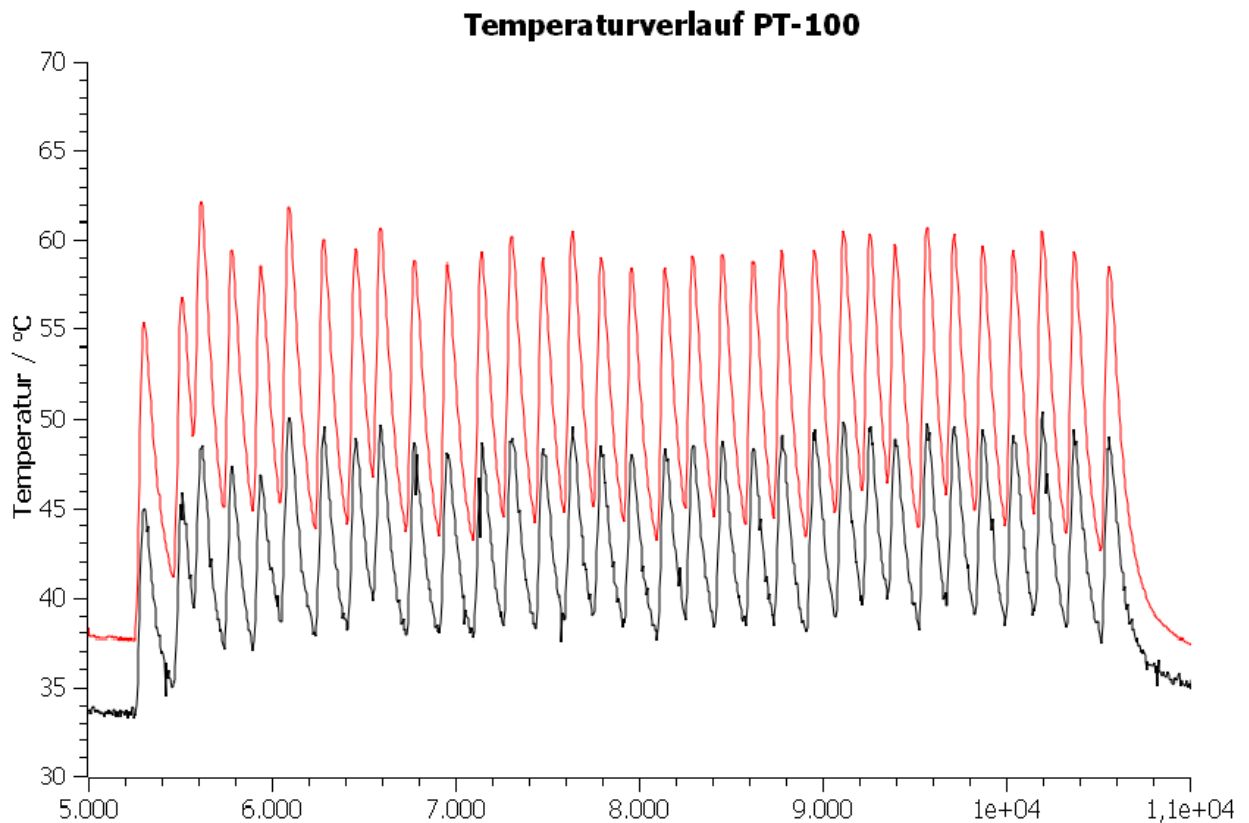


Abbildung 16: Temperaturverlauf an den Gradientenspulen, gemessen über die Widerstandsänderung an den PT-100

Mit diesen Gegebenheiten wurde eine Messreihe aufgenommen, in der die Drehwinkel des Probenhalters von 0° bis 360° in 10° -Schritten variiert wurden. Der Strom durch die Gradientenspulen wurde zunächst auf $I_{grad} = 1,5A$ geregelt, um die Temperaturentwicklung in den Spulen genauer beobachten zu können und dennoch verwendbare Werte zu erzielen (Abb. 18). Schon während der Messung war erkennbar, dass eines der beiden

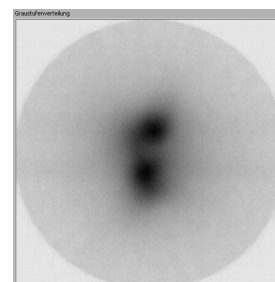


Abbildung 17: Ergebnis der Bildgebung für 6LiD bei $I_{grad} = 1,5A$

Probensignale deutlich kleiner war als das andere. Es wurde vermutet, dass dies an einer unterschiedlichen Polarisierung der Proben durch die Mikrowellen lag. Für spätere Messungen nahm man sich deshalb vor, zwischen den einzelnen Signalaufnahmen die Proben auf 90° zu positionieren, um dabei eine maximale und gleichmäßige Polarisierung

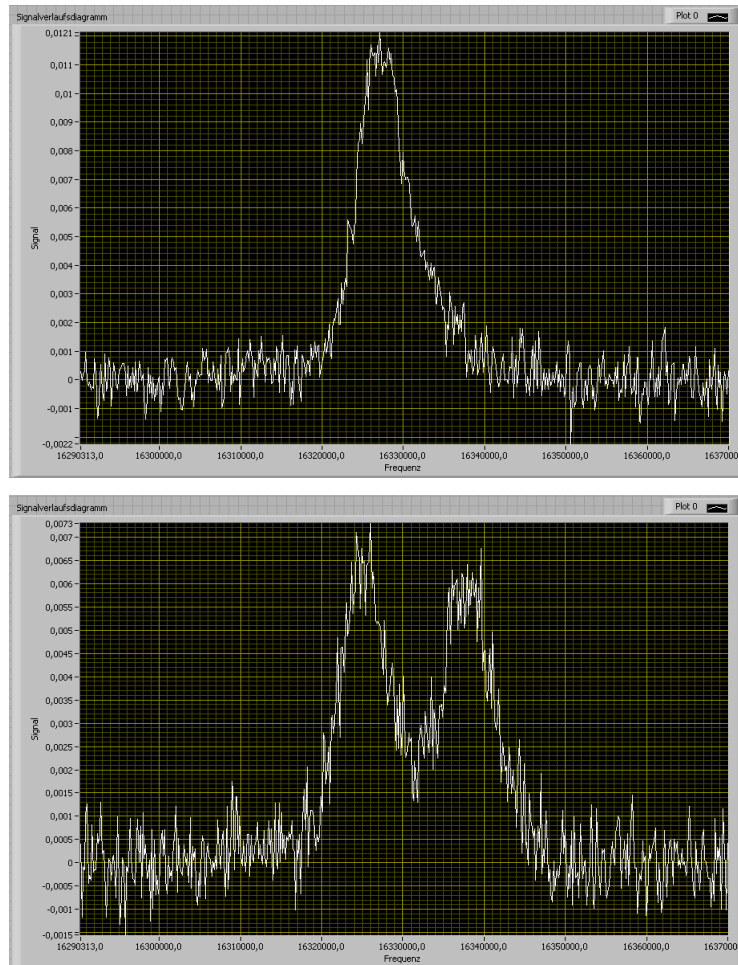


Abbildung 18: ${}^6\text{LiD}$ -Signal bei $I_{\text{grad}} = 1,5\text{A}$ und den Drehwinkeln $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$

zu erzielen.

Die Ergebnisse dieser Messreihe waren durchaus befriedigend. Schon während der Signalaufnahme wurde erkennbar, dass die Proben merklich voneinander trennbar waren. Die Auswertung mit LabVIEW bestätigte diese Annahme (Abb. 17). Mit einer Stromstärke von $I_{\text{grad}} = 2\text{A}$ wurde eine noch deutlichere Trennung erwartet.

5.2.3 Messung bei $I_{\text{grad}} = 2\text{A}$

Mit dem neuen Netzgerät aus dem DTL-Labor waren auch Messungen mit einem Gradientenstrom von $I_{\text{grad}} = 2\text{A}$ möglich. Es wurden zunächst zwei Messreihen aufgenommen: Erst wurden die Winkel von 0° bis 360° in 20° -Schritten variiert, wobei während der Datenaufnahme auffiel, dass bei 90° und 270° , also dort, wo beide Peaks maximal getrennt sichtbar sind, erneut ein Peak kleiner war als der Andere (Abb. 20).

Dies konnte nur durch ein Öffnen des Targetbehälters geklärt werden, was allerdings erst gegen Ende der Messungen erfolgte. Die Probenkammern waren lediglich unterschiedlich gefüllt, was zu den unterschiedlich großen Peaks führte.

Jedoch waren diese Peaks in beiden Fällen wesentlich deutlicher voneinander trennbar als bei den vorangegangenen Messungen (Abb. 19).

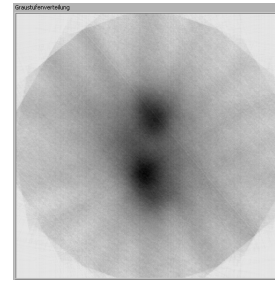


Abbildung 19: Ergebnis der Bildgebung für ${}^6\text{LiD}$ bei $I_{\text{grad}} = 2\text{A}$

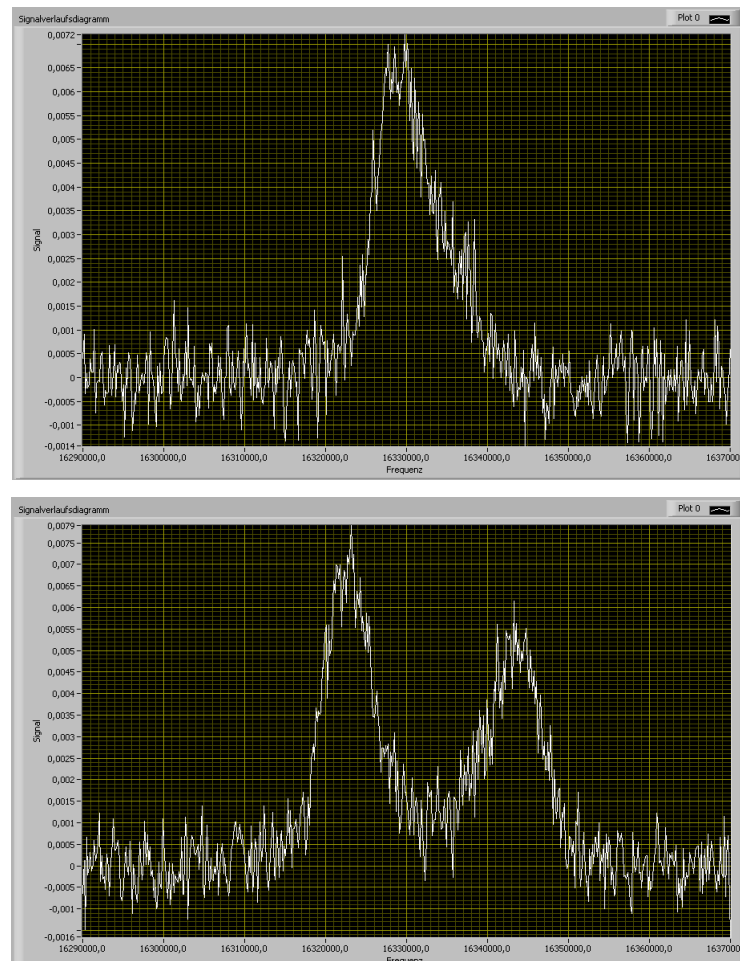


Abbildung 20: ${}^6\text{LiD}$ -Signal bei $I_{\text{grad}} = 2,0\text{A}$ und den Drehwinkeln $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$

5.2.4 $I_{grad} = 2A$ & drei gefüllte Probenbehälter

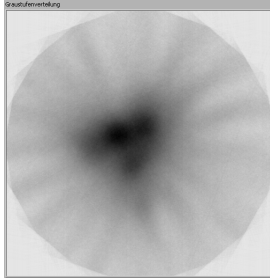


Abbildung 21: 6LiD -Signal bei $I_{grad} = 2,0A$ und drei gefüllten Probenbehältern

Da es nun möglich war, zwei gefüllte Probencontainer mit der tomographischen Darstellung zu untersuchen, galt es als nächstes, dieses auch mit drei Probencontainern zu versuchen. Nach dem Befüllen eines weiteren Körbchens mit 6LiD wurde eine Messreihe aufgenommen, in der die Drehwinkel der Probe von 0° bis 360° in 20° -Schritten variiert wurden. Leider war das Ergebnis nicht zufriedenstellend: Wie in *Abbildung 21* zu sehen ist, können die drei Proben nicht

eindeutig voneinander getrennt werden. Es ist durchaus möglich, dass sich dies bei höheren Stromstärken zur örtlichen Auflösung noch verbessert. Allerdings wird zur Zeit davon Abstand genommen, da die Gefahr der Spulenbeschädigung bei derartig hohen, mit den hohen Stromstärken einhergehenden, Temperaturen zu groß ist.

5.3 Zusammenfassung

Betrachtet man die Ergebnisse der Messungen, so sieht man, dass sich bei $I_{grad} = 2A$ zwei 6LiD -Probensignale gut voneinander trennen lassen. Die bei der Bildgebung entstehenden Abbildungen der Probenanordnung sind durchaus mit den ersten Schritten auf dem Weg zur medizinischen Bildgebung vergleichbar. Dies gilt allerdings nur für Proben, bei deren Ausmessung Signale aufgenommen werden, die sich durch schmale Peaks und gute Polarisierbarkeit auszeichnen. Die ursprüngliche Idee, mit der erstellten Messanordnung Protonensignale zu messen, musste leider verworfen werden, da die entworfene Apparatur für diese Art der Messung nicht ausreichend sensitiv arbeitete. Daher konnte auch der eigenständig hergestellte und auf die Protonenlarmorfrequenz $f_0 = 106,3MHz$ abgestimmte Schwingkreis leider nicht weiter verwendet werden, sondern es musste auf eine bereits bestehende Apparatur zurückgegriffen werden, welche die Larmorfrequenz der Deuteronen ($f_{0D} = 16,33MHz$) berücksichtigte. Die Verwendung von Deuteronen in 6LiD hatte zur Folge, dass die Messungen nicht, wie eigentlich beabsichtigt, bei Raumtemperatur, sondern bei $T = 77K$ vollzogen werden mussten.

Zu Beginn der Arbeit lag die Absicht vor, den selbst abgestimmten Schwingkreis in unmittelbarer Nähe zur Spule, die um den Probenbehälter gewickelt war, anzubringen,

um Leistungsverluste des Schwingkreises innerhalb der Leitungen zu vermeiden. Die Ergebnisse, die mit dieser Anordnung aufgenommen wurden, waren jedoch nicht befriedigend und das Signal-Rauschverhältnis war schlecht, was auf die aus nur zwei Windungen bestehende Spule zurückgeführt wurde. Leider lässt sich daher nicht sagen, ob das spulennahe Anbringen des Schwingkreises eine Verbesserung des bereits bestehenden Aufbaus darstellte.

Des Weiteren ist anzumerken, dass nur die deutliche Trennung von zwei Probensignalen erfolgreich verlief. Drei Probensignale waren bereits nicht mehr eindeutig unterscheidbar. Wie bereits erwähnt, wäre eine Verbesserung der örtlichen Auflösung durch eine höhere Stromstärke in den Gradientenspulen erreichbar, was aber mit der zur Verfügung stehenden Apparatur nicht ohne Weiteres durchführbar war.

Gegen Ende der Messungen wurden der Probeneinsatz (samt NMR-Spule) und das Transferkabel erneut auf ihre Kapazitäten und Induktivitäten untersucht. Daraus sollte noch einmal die Güte des Schwingkreises ermittelt werden, um sie mit dem aus dem Spektrum gewonnenen Wert zu vergleichen und eine allgemeine Aussage über die Qualität des verwendeten Verfahrens treffen zu können. Man fand für das Transferkabel eine Kapazität von $C_{Kabel} = 66,1\text{pF}$. Die Kapazität der Varicap-Diode wurde mit der angelegten Spannung $U_{var} = 4\text{V}$ bestimmt und lag bei $C_{var} = 120\text{pF}$ (siehe *Anhang D*), woraus eine Kapazität der Spulen-Elektronik-Kombination von $C = 48,78\text{pF}$ folgt. Die Induktivität der NMR-Spule mit vier Windungen betrug $L = 900\text{nH}$. Also ergibt sich für die Güte dieses Schwingkreises (mit dem bekannten Widerstand $R = 6\Omega$) eine Güte von $Q = \frac{1}{6\Omega} \cdot \sqrt{\frac{900\text{nH}}{48,78\text{pF}}} = 22,64 \approx 23$.

Dieser Wert weicht zwar von der aus dem Spektrum ermittelten Güte $Q = 13$ ab, liegt aber in derselben Größenordnung, so dass er als realistisch angesehen werden kann.

6 Fazit und Ausblick

Die magnetische Kernresonanz ist eines der führenden Verfahren in der medizinischen Bildgebung. Allerdings basiert das moderne NMR-Verfahren auf der gepulsten NMR, wohingegen in der vorliegenden Arbeit die tomographische Darstellung der Signale mit der continuous-wave-Methode studiert wurde. Diese findet man heutzutage hauptsächlich noch in der Polarisationsmessung.

Die cw-NMR eignete sich für diese 10-wöchige Arbeit, da sie leichter zu verstehen und ein geringerer apparativer Aufwand als bei der gepulsten NMR von Nöten ist. Die einzigen Schwierigkeiten sollten in der Abstimmung des Schwingkreises liegen, welcher direkt an der NMR-Spule angebracht werden sollte. Allerdings entpuppte sich diese Abstimmung

als Problem, welches man nur durch "Trial-and-Error" lösen konnte, was mitunter recht zeitintensiv war. Nachdem der Schwingkreis dann korrekt abgestimmt war, stellte sich leider heraus, dass die zugehörige Spule nicht mehr sensitiv genug für das Empfangen der Protonen-Signale war, so dass zu einem komplett anderen Aufbau übergegangen werden musste.

Mit diesem Aufbau war schließlich die Aufnahme von Deuteronensignalen in ${}^6\text{LiD}$ möglich und es konnten mehrere Messreihen erstellt werden. Leider war dies nicht mehr, wie ursprünglich beabsichtigt, bei Raumtemperatur durchführbar. Die Ergebnisse dieser Messungen waren jedoch sehr zufriedenstellend und entsprachen den Erwartungen. Die empfangenen Signale waren, ebenso wie die Proben in der anschließenden Bildverarbeitung, mit höherer Stromstärke in den Gradientenspulen besser voneinander trennbar. Leider geriet man hier schnell an die apparativen Grenzen, da ein Überschreiten der Stromstärke $I_{grad} = 2\text{A}$ zum Schutz der Gradientenspulen vermieden wurde. Die verbliebene Zeit genügte dabei nicht mehr, um ein Verfahren zu entwickeln, welches dies realisiert.

Die tomographische Darstellung von Magnetresonanzsignalen mit einer gegebenen Magnetresonanzapparatur wurde in dieser Arbeit ermöglicht, auch wenn sich während der Ausarbeitung noch einige Probleme stellten, deren Bewältigung im gegebenen Zeitrahmen leider nicht in Betracht gezogen werden konnte. So wäre es bestimmt noch wünschenswert gewesen, drei oder sogar vier gefüllte Probenbehälter voneinander trennen zu können.

Zwar ist die cw-NMR immer noch das führende Verfahren in der Polarisationsmessung, jedoch zeigt diese Arbeit deutlich, dass sie sich nur begrenzt für die Bildgebung einsetzen lässt. Die Ergebnisse entsprachen zwar denen, die in der Anfangszeit der bildgebenden NMR erzielt wurden, können aber nicht mit den modernen, auf gepulster NMR basierenden, Verfahren mithalten.

Zieht man jedoch die Ergebnisse der Messungen in Betracht, lässt sich abschließend sagen, dass diese Bachelorarbeit erfolgreich verlaufen ist und die Ausarbeitung einen guten Einstieg in das interessante und in der modernen Zeit sich immer noch im Fortschritt befindende Feld der Magnetresonanztomographie liefert.

A Historisches & Grundlagen

A.1 Klassischer Drehimpuls

Niels Bohr führte 1912 zwei Postulate ein, die grundlegend waren für die weitere Entwicklung der Physik. Sie halfen, die Grenzen der klassischen Physik bei der Beschreibung des Atoms zu erklären und eine geeignetere Theorie zu entwickeln. Zur damaligen Zeit erkannte man, dass das Atommodell von Rutherford, welches besagte, dass negativ geladene Elektronen die positiv geladenen Protonen aus Kreisbahnen umrunden, den Aufbau eines Atoms nicht korrekt beschreiben konnte. Geht man nämlich davon aus, dass all diese Teilchen den makroskopischen mechanischen und elektromagnetischen Gesetzen gehorchen, müsste das Elektron nach kurzer Zeit in den Atomkern stürzen. Die Begründung hierfür liegt darin, dass man sich die Bewegung des kreisenden Elektrons aus zwei linearen harmonischen Oszillatoren bestehend vorstellen kann, welche nach Hertz immer Strahlung emittieren. Somit würde sich der Radius des Elektrons immer weiter verringern, bis es in den Kern stürzt.

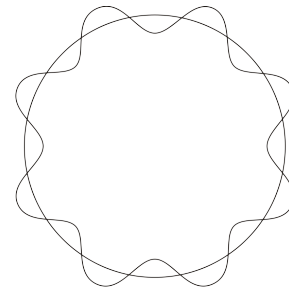


Abbildung 22: Quantisierungsbedingung für $n=8$

Bohrs erstes Postulat besagte nun, dass sich die Elektronen nur auf diskreten Bahnen aufhalten können, also auch nur diskrete Energiezustände annehmen, in denen sie nicht strahlen. Strahlung soll nur dann erfolgen, wenn das Elektron von einem Energiezustand in einen Anderen übergeht, wobei die emittierte oder absorbierte Strahlung gerade die Frequenz besitzt, die sich aus der Energiedifferenz der beiden Zustände ergibt:

$$h \cdot \nu = E_j - E_i \quad (38)$$

Bohrs zweites Postulat beschrieb eine Auswahlbedingung für die zur Verfügung stehenden Bahnen der Elektronen. Es sollten nur solche Bahnen erlaubt sein, auf denen der Drehimpuls des Elektrons gerade ein ganzzahliges Vielfaches von \hbar ist:

$$L = n \cdot \hbar \quad (39)$$

Diese Bedingung wird auch häufig “Quantisierungsbedingung” genannt. n ist die sogenannte Hauptquantenzahl.

Bohr erklärte zwar nicht, wie die Elektronen es schaffen sollten, auf den Kreisbahnen keine Energie abzustrahlen, aber der Erfolg seiner Theorie gab ihm Recht. Seine Postulate beschrieben die experimentell gefundenen Spektren des Wasserstoffatoms korrekt und konnten später auch auf andere Atome angewandt werden.

Laut Bohr besitzen Zustände eines atomaren Systems also Drehimpulse, die der Quantisierungsbedingung gehorchen müssen.[Mes02] Somit kann z.B. die z-Richtung des Drehimpulses die Werte

$$L_z = -l\hbar, -(l-1)\hbar, \dots, (l-1)\hbar, l\hbar \quad (40)$$

annehmen. Es gibt also $2l + 1$ mögliche Werte. Nimmt man an, dass l halbzahlig ist, existieren zu $l = \frac{1}{2}$ die Werte $L_z = \pm \frac{\hbar}{2}$. Analog zu den möglichen l -Werten $l = 0, \frac{1}{2}, 1, \frac{3}{2}, 2, \dots$ definiert man nun die magnetische Quantenzahl m über

$$-l \leq m \leq l \quad (41)$$

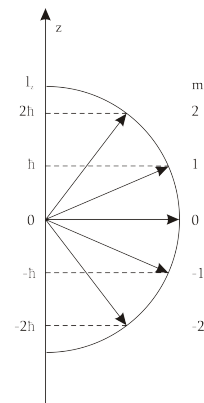


Abbildung 23:
Einstellungsmöglichkeiten
für $m=2$

A.2 Magnetisches Moment

Modellhaft geht man nun von einem Wasserstoffatom im Grundzustand aus. Lauft also ein Elektron mit einem Drehimpuls

$$\vec{L} = \vec{r} \times \vec{p} = m \cdot \vec{v} \times \vec{r} = m \cdot r \cdot v \cdot \vec{e}_z \quad (42)$$

mit einer Geschwindigkeit \vec{v} um den Atomkern, so gilt nach der Quantisierungsbedingung $m \cdot \vec{v} \cdot \vec{r} = \hbar$. Es umkreist den Kern also mit einer Frequenz

$$\nu = \frac{v}{2\pi r} \quad (43)$$

was einem Strom

$$I = -e\nu = -e \frac{v}{2\pi r} \quad (44)$$

entspricht.

Hieraus ergibt sich für das Elektron auch ein magnetisches Moment

$$\vec{\mu} = I \cdot \vec{A} = -e \frac{v}{2\pi r} \cdot \pi r^2 \vec{e}_z \stackrel{\vec{L}}{=} -\frac{evr}{2} \vec{e}_z \quad (45)$$

welches, nach Umformen von Gleichung (42) zu $v = \frac{\vec{L}}{mr\vec{e}_z}$ und Einsetzen, zu

$$\vec{\mu} = -\frac{e}{2m} \vec{L} \quad (46)$$

führt. Für den angenommenen Fall des H-Atoms im Grundzustand beträgt das magnetische Moment

$$\mu_B = \frac{e\hbar}{2m} = 9,274 \cdot 10^{-24} \text{ J/T} \quad (47)$$

und wird Bohr-Magneton genannt [Mes02, MK94]. Die magnetischen Momente für Zustände mit der Drehimpulsquantenzahl \vec{L} sind:

$$\vec{\mu} = -\mu_B \frac{\vec{L}}{\hbar} \quad (48)$$

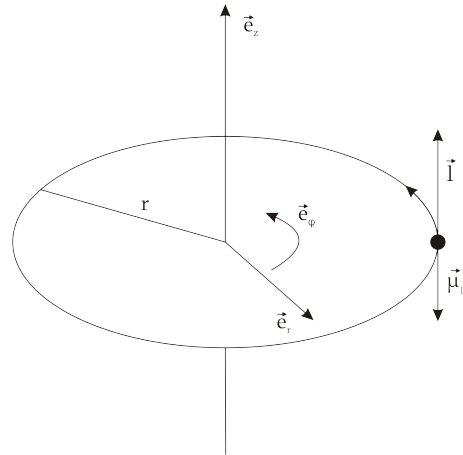


Abbildung 24: Magnetisches Moment einer kreisenden Ladung

B Solid State Effekt

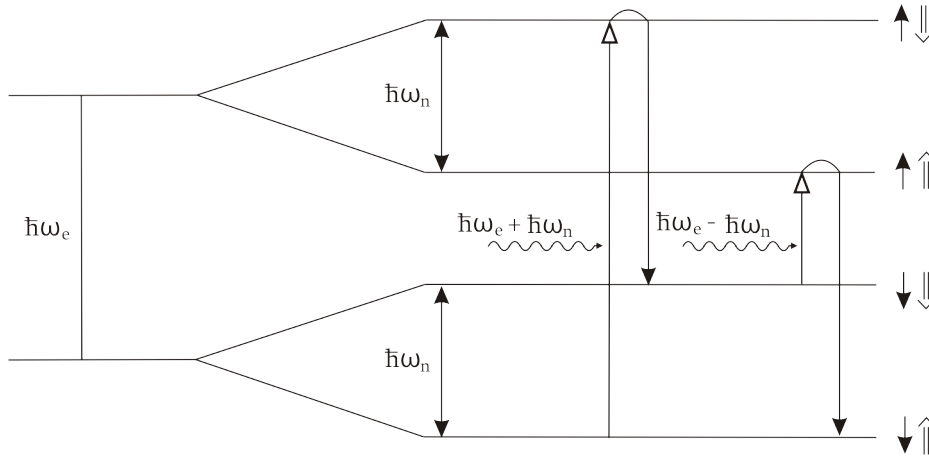


Abbildung 25: dynamische Polarisation

Um die Methode der dynamischen Nukleonenpolarisation zu verstehen, muss man berücksichtigen, wie sich die ungebundenen Elektronen im externen Magnetfeld verhalten. Wie im vorigen Abschnitt erklärt, bilden sich Zeeman-Niveaus aus, sobald sich ein Spin im äußeren Magnetfeld befindet. Allerdings wird das äußere Magnetfeld, das das Elektron "sieht", von der Stellung eines benachbarten Kernspins, also eines magnetischen Kernmoments, beeinflusst. Durch die Hyperfeinstruktur koppeln Elektronenspin und Kernspin zu einem eigenständigen Spinsystem, wobei aufgrund des Zeeman-Effekts des Elektrons und des Kerns vier Energieniveaus ausgebildet werden. Übergänge zwischen diesen Niveaus müssen, wie alle Übergänge zwischen Zeeman-Niveaus, der Auswahlregel $\Delta m = \pm 1$ gehorchen - es gibt also verbotene Übergänge. Wechselwirkungseffekte zwischen Elektron und Kern sorgen nun allerdings dafür, dass durch Mikrowelleneinstahlung der Frequenz $\nu_{\pm} = \nu_E \mp \nu_N$ diese verbotenen Übergänge induzieren lassen. Dabei geht das System durch Absorption eines Photons mit der Energie $\hbar\omega_{\pm}$ von einem Anfangszustand in einen höher gelegenen Zustand über. Durch einen so genannten Spin-Flip des Elektrons (für paramagnetische Zentren liegen die Relaxationszeiten bei wenigen Millisekunden) und Emission eines Photons relaxiert das System jedoch schnell wieder in einen tiefer gelegenen, stabileren Zustand. Die Relaxationszeiten der Nukleonen liegen, je nach Magnetfeld und Temperatur, zwischen mehreren Minuten bis zu einigen Stunden. Unmittelbar nahe der Elektronen sind also Nukleonenpolarisationen möglich, die sich durch Spin-Diffusion auf das gesamte Target übertragen, indem zwei benachbarte Spins entgegengesetzt umklappen. Dieser Austausch ihrer Polarisation ist auf Dipol-Dipol-Wechselwirkungen zurückzuführen.

Man könnte nun annehmen, dass sich die gesamte Elektronenpolarisation auf die Nukleonen übertragen lässt. Allerdings sorgen Relaxationen, die über die paramagnetische Zentren oder Verunreinigungen ablaufen, für ein Abklingen der Polarisationsübertragung. Der Aufbau der Polarisation steht also in Konkurrenz zu diesen Relaxationsprozessen. Daher wäre eine geringe Spindichte optimal für die dynamische Polarisation von Nukleonen. Da dann jedoch weniger Spins als Ausgangspunkte für die dynamische Nukleonenpolarisation fungieren könnten, muss ein geeigneter Mittelweg gefunden werden.[[Abr61](#)]

C Beschreibung der Magnetisierungsbewegung

C.1 Übergang in das rotierende Bezugssystem

Um entscheiden zu können, welche Komponente des Hochfrequenzfeldes in der Rechnung berücksichtigt werden muss, führt man eine Transformation in das rotierende Koordinatensystem durch. Man setzt sich anschaulich in ein Koordinatensystem, das sich mit der rotierenden Komponente des Radiofrequenzfeldes um die z -Achse dreht. Hierzu verwendet man die Transformationsmatrix:

$$\begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix}^{\text{rot}} = \begin{pmatrix} \cos\omega t & \sin\omega t & 0 \\ -\sin\omega t & \cos\omega t & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} \quad (49)$$

Nun wird die erste Komponente des Radiofrequenzfeldes transformiert:

$$B_{RF_1}^{\text{rot}} = B_1 \cdot \begin{pmatrix} \cos^2\omega t + \sin^2\omega t \\ -\sin\omega t \cdot \cos\omega t + \sin\omega t \cdot \cos\omega t \\ 0 \end{pmatrix} = B_1 \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (50)$$

Für die zweite Komponente erhält man:

$$B_{RF_2}^{\text{rot}} = B_1 \cdot \begin{pmatrix} \cos^2\omega t - \sin^2\omega t \\ -\sin\omega t \cdot \cos\omega t - \sin\omega t \cdot \cos\omega t \\ 0 \end{pmatrix} = B_1 \cdot \begin{pmatrix} \cos 2\omega t \\ -\sin 2\omega t \\ 0 \end{pmatrix} \quad (51)$$

Offensichtlich wird beim Übergang in das rotierende Bezugssystem eine Komponente statisch, während die andere sich mit der doppelten Geschwindigkeit bewegt. Störungsrechnungen haben gezeigt, dass der Einfluss der statischen Komponente auf die zeitliche Entwicklung des Systems deutlich höher ist als der Einfluss der verbleibenden Komponente. Dies ist der Grund dafür, dass bei der Herleitung der Bloch-Gleichungen die Komponente $B_{RF_1}^{\text{rot}}$, die im rotierenden Koordinatensystem mit der Geschwindigkeit 2ω rotiert, vernachlässigt wird.

Diese Näherungsmethode wird meist "rotating wave approximation" genannt. [\[Sut03\]](#)

C.2 Relaxation

Man muss Dämpfungsmechanismen einführen, die die Magnetisierung in die (anti-)parallele Ausrichtung drängen. Um deren Diskussion anschaulich zu gestalten,

werden meist die parallel und senkrecht zum Magnetfeld stehenden Komponenten der Magnetisierung getrennt betrachtet.

Im thermischen Gleichgewicht und ohne den Einfluss des Radiofrequenzfeldes gilt für die Magnetisierung:

$$\vec{M}_G = \begin{pmatrix} M_x \\ M_y \\ M_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ M_0 \end{pmatrix} \quad (52)$$

Man erkennt, dass die Magnetisierung, sobald sie aus dem Gleichgewicht gebracht worden ist, dem Gleichgewichtszustand exponentiell zustrebt:

$$M_z(t) = M_0 + (M_z(0) - M_0)e^{-\frac{t}{T_1}} \quad (53)$$

Diese Relaxation wird durch einen Zusatzterm in die Bewegungsgleichungen eingebracht.

Für die parallel zum Feld ausgerichtete Magnetisierungskomponente gilt:

$$\frac{dM_z}{dt} = \frac{(M_0 - M_z)}{T_1} \quad (54)$$

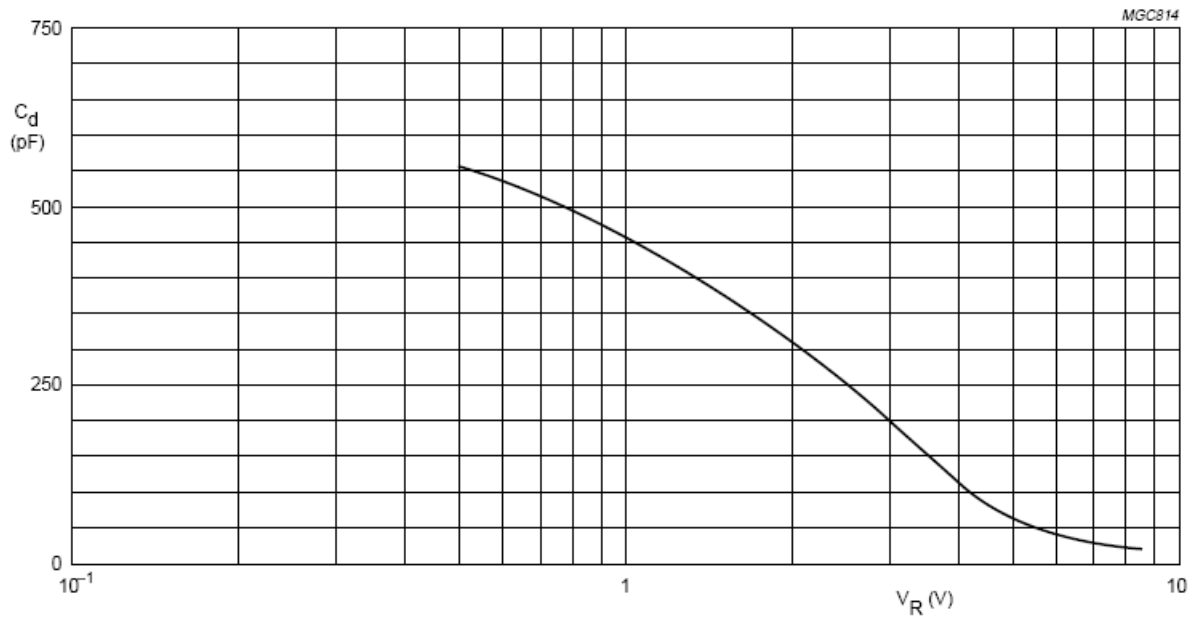
Die Zeitkonstante T_1 heißt “longitudinale Relaxationszeit” oder, basierend auf dem Energieaustausch zwischen Spinsystem und der als Gitter bezeichneten Umgebung, “Spin-Gitter Relaxationszeit”. T_1 ist hierbei die Zeit, die vergeht, bis das System wieder im Zustand $M_z = M_0$ angekommen ist.

Die senkrecht zum Magnetfeld stehenden Komponenten würde ohne Berücksichtigung der Dämpfungsmechanismen einfach nur um das Magnetfeld rotieren. Dies widerspricht jedoch erneut den experimentellen Befunden, nach denen auch diese Komponenten exponentiell abklingen:

$$\begin{aligned} M_x(t) &= M_{xy}(0)\cos(\omega t - \theta)e^{-\frac{t}{T_2}} \\ M_y(t) &= M_{xy}(0)\sin(\omega t - \theta)e^{-\frac{t}{T_2}} \\ \Rightarrow \frac{dM_{x/y}}{dt} &= -\frac{M_{x/y}}{T_2} \end{aligned} \quad (55)$$

Die hierbei auftauchende Zeitkonstante T_2 wird “transversale Relaxationszeit” genannt. Man nennt sie auch “Spin-Spin Relaxationszeit”, was auf die Spin-Spin-Wechselwirkungen zurückzuführen ist, die dafür sorgen, dass die einzelnen magnetischen Momente außer Phase geraten. T_2 gibt nun an, wie lange die präzedierenden Momente noch in Phase sind. [Sut03]

D Kapazität der Varicap-Diode



f = 1 MHz.

Fig.2 Diode capacitance as a function of reverse voltage; typical values.

Abbildung 26: Verlauf der Kapazität in Abhängigkeit der angelegten Spannung [Sem96]

E Kennlinie PT-100

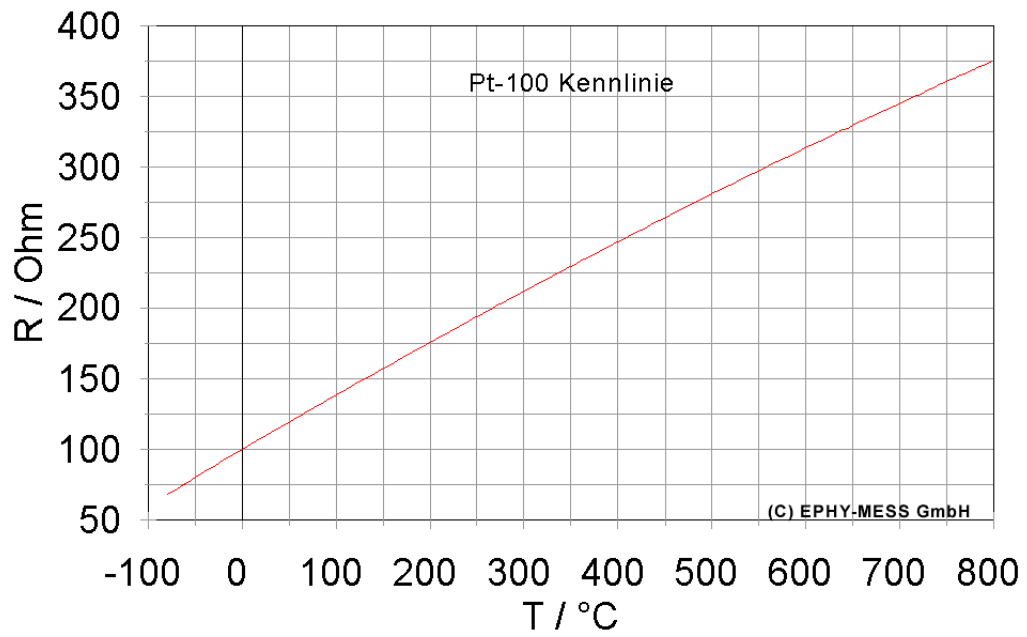


Abbildung 27: Kennlinie des PT-100 [fEPMm08]

Abbildungsverzeichnis

1	Gyromagnetisches Verhältnis einiger wichtiger Kerne	3
2	Präzession eines magnetischen Moments um die Richtung des Magnetfeldes	4
3	Zeeman-Aufspaltung	5
4	Einstrahlung eines Hochfrequenzfeldes in die sich im stationären Magnetfeld befindende Probe	10
5	Skizze der aus Hauptmagneten und Gradientenspulen bestehenden Anordnung zur örtlichen Auflösung	12
6	Methode der Ortsauflösung: Durch Frequenzkodierung und Rückprojektion entsteht ein Bild der Probenanordnung	13
7	Skizze der in den Probenhalter eingelassenen Probenkammern	13
8	Schematischer Aufbau der Liverpool-NMR-Box	14
9	Skizze des verwendeten Probeneinsatzes	15
10	Aufbau der Messanordnung	16
11	Spektrum des auf 106,3MHz abgestimmten Schwingkreises	17
12	Foto des Targetbehälters	19
13	Signale von Tempo-dotiertem n-Butanol bei $I_{grad} = 0,4A$ und $I_{grad} = 0,7A$	20
14	Spektrum des Schwingkreises, der für Messungen mit 6LiD verwendet wurde. Die Windungszahl der NMR-Spule beträgt $n = 4$, die Varicap-Diode wird mit $U_{var} = 4V$ betrieben.	21
15	6LiD -Signal bei $I_{grad} = 1,0A$ und den Drehwinkeln $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$. .	23
16	Temperaturverlauf an den Gradientenspulen, gemessen über die Widerstandsänderung an den PT-100	25
17	Ergebnis der Bildgebung für 6LiD bei $I_{grad} = 1,5A$	25
18	6LiD -Signal bei $I_{grad} = 1,5A$ und den Drehwinkeln $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$. .	26
19	Ergebnis der Bildgebung für 6LiD bei $I_{grad} = 2A$	27
20	6LiD -Signal bei $I_{grad} = 2,0A$ und den Drehwinkeln $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$. .	27
21	6LiD -Signal bei $I_{grad} = 2,0A$ und drei gefüllten Probenbehältern	28
22	Quantisierungs- bedingung für $n=8$	31
23	Einstellungsmöglichkeiten für $m=2$	32
24	Magnetisches Moment einer kreisenden Ladung	33
25	dynamische Polarisierung	34
26	Verlauf der Kapazität in Abhängigkeit der angelegten Spannung [Sem96] .	38

27	Kennlinie des PT-100 [fEPMm08]	39
----	--	----

Literatur

- [Abr61] A. Abragam. *The principles of nuclear magnetism*. Oxford University Press, 1961.
- [Cou01] G.R. Court. *High precision measurement of target polarization in solid state targets with NMR*. 2001.
- [Ebb07] Astrid Ebbing. *Aufbau des Zeeman-Versuches für das F-Praktikum*. Bachelorarbeit, Ruhr-Universität Bochum, 2007.
- [fEPMm08] Gesellschaft für Elektro-Physikalische Messgeräte mbH. *Technische Daten PT-100*. <http://www.ephy-mess.de>, 2008.
- [Heß05] Christian Heß. *Ein gepulstes NMR-System zur Polarisationsmessung an Festkörpertargets*. Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, 2005.
- [HP04] Ralf Stannarius Harry Pfeifer, Herbert Schmiedel. *Kompaktkurs Physik*. 2004.
- [Mes02] Dieter Meschede. *Gerthsen Physik*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2002.
- [MK94] Theo Mayer-Kuckuk. *Atomphysik - Eine Einführung*. Teubner-Verlag, 1994.
- [Rei94] Gerhard Reicherz. *Kontroll- und NMR-System eines polarisierten Festkörpertargets*. Dissertation, Universität Bonn, 1994.
- [Sem96] Philips Semiconductors. *Data Sheet: BB212 AM variable capacitance double diode*, 1996.
- [Sli90] C.P. Slichter. *Principles of magnetic resonance*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1990.
- [Sut03] Dieter Suter. *Magnetische Resonanz*. Vorlesungsskript, Universität Dortmund, 2003.
- [Zyl08] Patrick Zylka. *Bildgebung mit einer Magnetresonanzapparatur*. Bachelorarbeit, Ruhr-Universität Bochum, 2008.

Erklärung

Ich versichere hiermit, die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt zu haben.

Die Arbeit wurde bisher in gleicher oder ähnlicher Form keiner anderen Prüfungskommission vorgelegt.

Bochum, den 30.09.08

Sonja Kunkel