

---

# Magnetische Kernspinresonanz zum Studium der Molekularen Dynamik

---

Teilnehmer: Kirill Boguslavski , Oleg Nikiforov

Betreuer: Sorin Lusceac

Datum: 02.05.2011

---



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

---

---

Wir versichern hiermit, dass wir den vorliegenden Bericht eigenständig und ohne Hilfe Dritter ausgearbeitet haben. Alle Zitate sind als solche gekennzeichnet. Alle Grafiken sind von uns erstellt worden.

---

## Inhaltsverzeichnis

---

<b>1</b>	<b>Vorbereitung</b>	<b>3</b>
1.1	Quantenmechanische Energieaufspaltung . . . . .	3
1.2	Klassische Vorstellung . . . . .	3
1.3	Relaxationszeiten und Diffusion . . . . .	3
1.4	Pulsfolgen . . . . .	3
1.4.1	Inversion Recovery . . . . .	3
1.4.2	Hahn-Echo . . . . .	4
1.4.3	Stimuliertes Echo . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Durchführung</b>	<b>5</b>
2.1	Versuchaufbau . . . . .	5
2.2	Wasserprobe im "homogenen" Feld . . . . .	5
2.3	Wasserprobe im Gradientenfeld . . . . .	6
2.4	Untersuchung einer Tereadecan-Probe . . . . .	6
<b>3</b>	<b>Auswertung</b>	<b>9</b>
3.1	Wasserprobe im "homogenen" Feld . . . . .	9
3.1.1	Inversion-Recovery-Experiment . . . . .	9
3.1.2	Hahn-Echo-Experiment . . . . .	9
3.2	Wasserprobe im Gradientenfeld . . . . .	9
3.2.1	Bestimmung des Selbstdiffusionskoeffizienten bei Wasser . . . . .	9
3.2.2	Messung . . . . .	10
3.3	Tetradecan . . . . .	10
3.3.1	Im homogenen Magnetfeld . . . . .	10
3.3.2	Im magnetischen Streufeld . . . . .	11
3.4	Fazit . . . . .	11

---

## 1 Vorbereitung

---

### 1.1 Quantenmechanische Energieaufspaltung

---

Wird ein (stationäres) Magnetfeld  $\vec{B}_0$  entlang der z-Achse angelegt, dann spaltet bei einem Kern mit Spin I jedes Energieniveau in  $2I+1$  Niveaus auf, was Zeeman-Effekt genannt wird. Vereinfachend gehen wir im Folgenden von  $I = \frac{1}{2}$  und zwei Niveaus aus. Die Energiedifferenz der beiden benachbarten Niveaus beträgt  $\Delta E = \hbar\gamma B_0$  mit dem gyromagnetischen Verhältnis  $\gamma = 5,5857$  für Protonen (man kann aber auch andere Kerne als  $^1H$  messen). Die Verteilung der Zustände auf diese beiden Niveaus im Gleichgewicht wird (bei hohen Temperaturen) durch den Boltzmann-Faktor beschrieben. Unter anderem ist man an den Relaxationszeiten interessiert, das heißt, an der ungefähren Dauer, bis das Gleichgewicht erreicht ist.

### 1.2 Klassische Vorstellung

---

Klassisch kann man sich die Aufhebung der Energieentartung so vorstellen, dass das magnetische Moment  $\vec{\mu} = \gamma\vec{I}$  eines Kerns mit dem Magnetfeld wechselwirkt. Die energetisch günstigste Einstellung von  $\vec{\mu}$  wird erreicht, wenn es in Richtung  $\vec{B}_0$  zeigt. Nun können wir nicht alle  $\mu$ 's einzeln messen, sondern wir messen ihre Summe, also die Magnetisierung  $\vec{M}$ . Auf sie wirkt durch  $\vec{B}_0$  bedingt ein Drehmoment, sodass sie um das Magnetfeld mit  $\omega_0 = -\gamma B_0$  präzediert. Sehr nützlich ist die Vorstellung eines mit  $\omega_{ref} = \omega_0$  rotierenden Koordinatensystems (RKS), bezüglich dessen Koordinatenachsen die Magnetisierung stationär ist. Schalten wir ein mit derselben Frequenz in der x-y-Ebene mitrotierendes Magnetfeld  $B_1(t)$  ein, so ist dieses im neuen System stationär und zeigt z. B. in die x'-Richtung. Im RKS präzediert  $\vec{M}$  um  $\vec{B}_1$  und wir können die Präzessionszeit so einstellen, dass sich  $\vec{M}$  um genau  $90^\circ$  oder  $180^\circ$  dreht. Diese Drehungen nennt man  $90^\circ$ - bzw.  $180^\circ$ -Pulse.

### 1.3 Relaxationszeiten und Diffusion

---

Bei einer Anfangseinstellung der Magnetisierung gibt es zwei Relaxationseffekte:

Zum einen wollen sich die Kerne gemäß der Boltzmann-Verteilung auf die beiden Niveaus verteilen, was Spin-Gitter-Relaxation genannt wird. Dabei geben die Kerne einen Teil ihrer Energie an das Gitter ab, indem sie Freiheitsgrade des Gitters (Rotationen, Translationen, Vibrationen, etc.) anregen. Die charakteristische Dauer für diesen Effekt ist die longitudinale oder Spin-Gitter-Relaxationszeit  $T_1$ .

Zum anderen gibt es in der x-y-Ebene keine durch ein Magnetfeld ausgezeichnete Richtung, sodass nach einer gewissen Zeit die Phasenbeziehung der einzelnen Kernspins (bezüglich ihrer x- und y-Komponenten) verloren geht. Dieser Vorgang wird zeitlich mit der transversalen oder Spin-Spin-Relaxationszeit  $T_2$  beschrieben. Bei diesem Prozess bleibt die Energie im Spinsystem, jedoch wächst dessen Entropie. Wird durch einen  $90^\circ$ -Puls die Magnetisierung aus ihrer Ruhelage in die x'-y'-Ebene des RKS gebracht, zerfällt die Magnetisierung mit  $T_2$  (dies ist der freie Induktionszerfall FID).

Schwankt das angelegte magnetische Feld  $\vec{B}_0$  mit dem Ort (Feldinhomogenität), so führt auch diese Schwankung zu einer Dephasierung der Spins. Damit wird die effektive transversale Relaxationszeit  $T_2^*$  kleiner als  $T_2$ , was bei der Messung von  $T_2$  berücksichtigt werden muss. Grundsätzlich gilt  $T_2 \leq T_1$ , wobei Gleichheit bei hohen Temperaturen (für Wasser bereits bei Zimmertemperatur) herrscht.

Auch die Diffusion der Moleküle in einem inhomogenen Magnetfeld muss berücksichtigt werden, da sich dabei ihre Larmorfrequenzen auch zeitlich ändern. Der Selbstdiffusionskoeffizient D beschreibt diesen Prozess.

---

## 1.4 Pulsfolgen

---

### 1.4.1 Inversion Recovery

---

Zur  $T_1$ -Messung kann man die Pulsfolge  $180^\circ, t, 90^\circ$  verwenden, die Inversion Recovery genannt wird. Dabei startet man im Gleichgewichtszustand (es ist ein homogenes Magnetfeld in z-Richtung angelegt und die Magnetisierung

zeigt in dieselbe Richtung) und dreht durch den 180°-Puls die Magnetisierung um. In der Zeit  $t$  wirkt nur die Spin-Gitter-Relaxation und durch den 90°-Puls wird die verbleibende Magnetisierung in der x-y-Ebene registriert. Dann wartet man  $5T_1$ , damit das System wieder im Gleichgewicht ist, und wiederholt die Messung mit einer anderen Zeit  $t$ . Auf diese Weise lässt sich der zeitliche Verlauf der Spin-Gitter-Relaxation rekonstruieren, woraus  $T_1$  bestimmt werden kann:

$$M_x(t) = M_0 (1 - 2e^{-t/T_1})$$

Die Messpunkte lassen sich mit der Funktion

$$f(t) = a (1 - p \exp(-t/T_1)) \quad (1.1)$$

über die Parameter  $a$ ,  $p$  und  $T_1$  anfitten.

#### 1.4.2 Hahn-Echo

Hier wird die Pulsfolge 90°,  $t$ , 180° benutzt, um  $T_2$  zu erhalten. Ohne den 180°-Puls entspricht diese Folge dem FID, also würde  $T_2^*$  gemessen werden. Um stattdessen  $T_2$  zu messen, wird die Magnetisierung durch den zweiten Puls umgedreht, sodass die magnetischen Momente, die eine andere Larmor-Frequenz haben und deswegen auseinander laufen, dann nach derselben Zeit  $t$  refokussieren und ein messbares Signal entsteht:

$$M_{x,y}(t) = M_0 e^{-2t/T_2} \quad (1.2)$$

Die Zerfallsdauer beträgt also insgesamt  $2t$ . Allerdings können auch hier Diffusionseffekte einen Einfluss haben:

$$M_{x,y}(t) = M_0 e^{-2t/T_2} e^{-\frac{2}{3}\gamma^2 g^2 D t^3} \quad (1.3)$$

mit dem Magnetgradienten  $g$ .

#### 1.4.3 Stimuliertes Echo

D kann man mit der Pulsfolge 90°,  $t_e$  (Evolutionszeit), 90°,  $t_m$  (Mischzeit), 90° (stimuliertes Echo) gemessen werden. Nach einer weiteren Zeit  $t_e$  entsteht ein messbares Signal, das zur Bestimmung von  $D$  bei konstantem  $t_e$  über  $t_m$  aufgetragen wird:

$$S(t_e, t_m) = S_0 e^{-Dg^2\gamma^2 t_e^2(t_m + \frac{2}{3}t_e) - \frac{2t_e}{T_2} - \frac{t_m}{T_1}}$$

Zum Anpassen an die Messpunkte eignet sich die Funktion

$$f(t_m) = a \exp(-bt_m) \quad (1.4)$$

mit  $b = \gamma^2 g^2 t_e^2 D + 1/T_1$ . Die Fitparameter sind hierbei  $a$  und  $b$ ,  $t_e$  ist festgehalten.

Nach Umstellung der Gleichung und aus der Fehlerfortpflanzung nach Gauß folgt, dass

$$g = \frac{\sqrt{b - 1/T_1}}{\sqrt{D}\gamma t_e} \quad (1.5)$$

und

$$\Delta g = \frac{1}{2} \sqrt{\left(\frac{g}{b - 1/T_1}\right)^2 \left((\Delta b)^2 + \left(\frac{\Delta T_1}{T_1^2}\right)^2\right) + \left(g \frac{\Delta D}{D}\right)^2} \quad (1.6)$$

Ein stimuliertes Echo ist einem Hahn-Echo vorzuziehen, wenn man den Diffusionskoeffizienten oder den Gradienten bestimmen will, da man nur zwei Fitparameter hat und der Diffusionsprozess durch die höheren Zeiten  $t_m$  besser aus den Messdaten herauszulesen ist.

---

## 2 Durchführung

---

### 2.1 Versuchaufbau

---

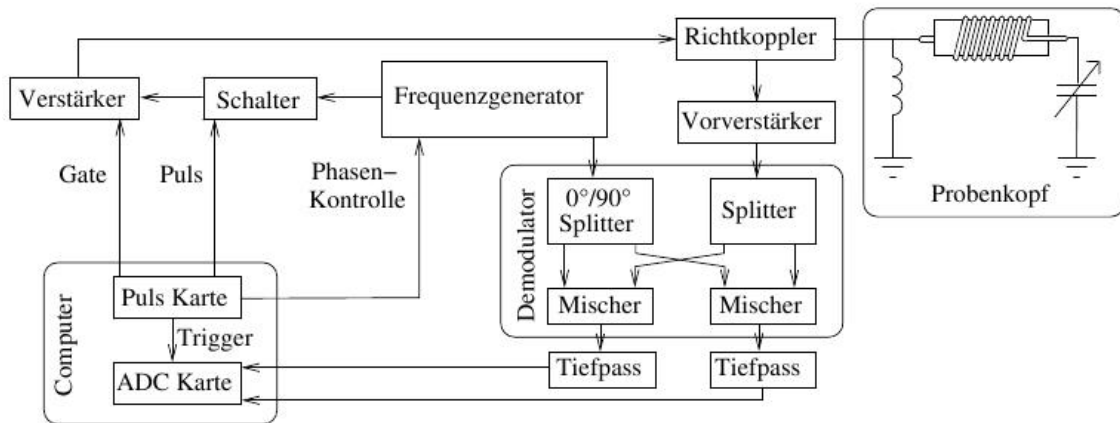


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau der Messanordnung [4]

Der Messaufbau ist auf der Abb.2.1 skizziert. In einem Probenkopf, welches sich in einem Kryostat befindet, wird eine Probe platziert. Im Kryostat befindet sich eine Spule, die für das Magnetfeld  $B_0$  verantwortlich ist. Mit Hilfe des eingebauten elektromagnetischen Schwingkreises ist es möglich das magnetische Feld um die Probe beliebig ändern, und durch den induzierten Strom im Schwingkreis die Messung der Magnetisierung der Probe durchzuführen, wobei man beachten muss, dass diese Messung nur bei Magnetfeldern möglich ist, bei welchen die Bedingung erfüllt ist:

$$\nabla\phi \cdot \vec{A} = 0 \quad (2.1)$$

wobei  $\vec{A}$  die Normale zur Querschnittsfläche der Spule ist.

Nachdem das induzierte Signal in dem Richtkoppler von der Einstrahlfrequenz separiert wurde und durch einen Vorverstärker geschickt wurde, wird es in einem Demodulator in zwei Signale aufgetrennt. Eins von diesen beiden Signalen wird um  $90^\circ$  in der Phase verschoben. Anschliessend werden zu den so erhaltenen Signalen zwei Referenzsignale vom Frequenzgenerator beigemischt, deren Frequenzen sich nur wenig von Frequenzen der ursprünglichen Signale unterscheiden. Durch die Frequenzdifferenzen und durch die Phasenverschiebungen lässt sich das Ursprungssignal rekonstruieren:

$$S_x \propto M_\infty \cos[(\omega_0 - \omega_{Ref})t - \Delta\phi] e^{-t/T_2} \quad S_y \propto M_\infty \sin[(\omega_0 - \omega_{Ref})t - \Delta\phi] e^{-t/T_2} \quad (2.2)$$

Um einen möglichst guten Signal zu erhalten, soll  $\phi$  so eingestellt werden, dass  $\Delta\phi = 0$  bzw. dass das  $S_y(0) = 0$ . Die Differenzsignale werden über einen Tiefpass in einen Computer geleitet. Der Computer seinerseits verarbeitet sie und steuert über einen Verstärker und einen Frequenzgenerator die Einstrahlfrequenz in dem Probenkopf.

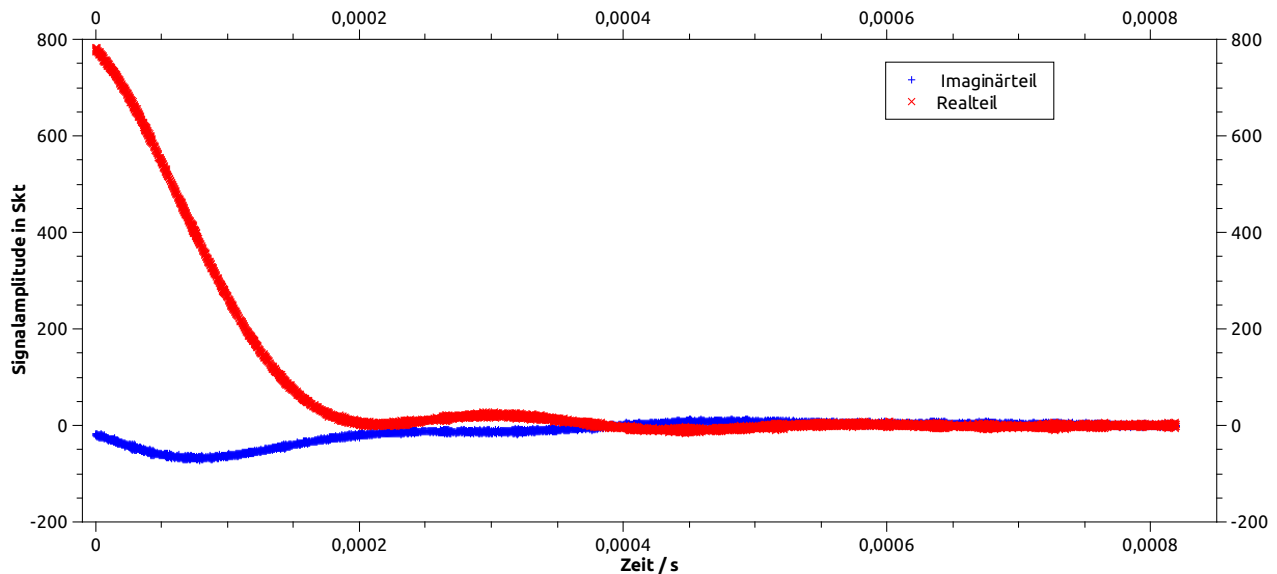
---

### 2.2 Wasserprobe im "homogenen" Feld

---

Alle Messungen wurden mit einem Computer durchgeführt, wobei jede einzelne Messreihe mit einem eigenen Skript gesteuert wurde.

Als erstes wurde die Frequenz des Messschwingkreises auf  $f = 99,5\text{MHz}$  durch die Änderung der Kapazität eines Kondensators eingestellt, indem eine Glassylinder zwischen die zylinderförmigen Kondensatorplatten hineingeschoben worden ist. Den Wert der Resonanzfrequenz konnten wir auf einem zusätzlich angeschlossenen spektralen Analysator beobachten.



**Abbildung 2.2:** Freier Induktionszerfall im Wasser zur Einstellung der Einstrahlungsfrequenz und der Empfängerphase

Als nächstes wurde die Einstrahlungsfrequenz und die Empfängerphase eingestellt (Abb. 2.2). Die Einstrahlungsfrequenz  $f_e = 99544070\text{Hz}$  liegt nah an der vorher eingestellten Resonanzfrequenz des Schwingkreises und entspricht der Larmorfrequenz. Für die Phase ergab sich  $\phi = 77^\circ$ .

Für die weitere Durchführung des Versuchs wurden die Längen des  $90^\circ$ - und des  $180^\circ$ -Pulses gemessen (Abb.2.3). Dafür wurden Pulse mit unterschiedlichen Dauer eingestrahlt um Magnetisierung zu drehen und den Anteil in die Spulenrichtung zu vermessen. Es ergab sich eine sinusförmige Kurve, wobei der Maximum dieser Kurve sich bei der Pulsdauer befand, bei welcher die Magnetisierung komplett in die  $x'$ -  $y'$  Ebene (des rotierenden Koordinatensystems) gedreht wurde, also bei einem  $90^\circ$ -Puls. Analog dazu befand sich die erste Nullstelle der Kurve bei der Pulsdauer eines  $180^\circ$ -Pulses. Die Abschätzung der Werte ergab  $t_{90^\circ} = 7,41 \cdot 10^{-7}\text{s}$  und  $t_{180^\circ} = 1,45 \cdot 10^{-6}\text{s}$ . Nach der Bestimmung der Pulsdauer wurde die eigentliche Messung durchgeführt. Zuerst wurde  $T_1$  mit einem Inversion-Recovery-Experiment bestimmt. Daraufhin wurde der Hahn-Echo-Experiment zur Bestimmung von  $T_2$  durchgeführt.

### 2.3 Wasserprobe im Gradientenfeld

Zur Untersuchung der Wasserproben im stark inhomogenen Magnetfeld, wurde die Resonanzfrequenz und die Einstrahlungsfrequenz auf  $f = 93,5\text{MHz}$  gesetzt, die Empfängerphase auf  $\phi = 40^\circ$ . Aus Zeitspargründen wurde die Einstrahlungsfrequenz nicht extra nachjustiert, sondern auf den gleichen Wert, wie die Resonanzfrequenz gesetzt. Danach wurde die Temperatur der Probe über einen Widerstand mit einem Ohmmeter mit  $R = 107,5 \pm 0,1 \Omega$  gemessen, damit in der Auswertung der Selbstdiffusionskoeffizient  $D$  vom Wasser bestimmt werden kann.

Als nächstes wurde das stimulierte Hahn-Echo-Experiment durchgeführt mit  $t_e = 0,2 \text{ms}$

### 2.4 Untersuchung einer Tereadecan-Probe

Nachdem wir die Wasserprobe mit einer Tereadecanprobe ausgetauscht hatten, stellten wir wieder die Frequenz des Messschwingkreises auf  $99,5 \text{MHz}$  und mit Hilfe eines FID die Einstrahlungsfrequenz und die Empfängerphase auf  $f_R = 99,542327 \text{MHz}$  und  $\varphi_2 = 63^\circ$  ein (siehe Abb. 2.4). Danach bestimmten wir nach Augenmaß mit einer (vermuteten) Genauigkeit von  $\Delta t_{90} = 0,02 \mu\text{s}$  bzw.  $\Delta t_{180} = 0,01 \mu\text{s}$  die Pulsdauern für die  $90^\circ$ - und  $180^\circ$ - Pulse zu  $t_{90} = 0,82 \mu\text{s}$  und  $t_{180} = 1,65 \mu\text{s}$  (s. Abbn. 2.5 und 2.6). Man erkennt, dass hierbei  $t_{180}$  ziemlich genau doppelt so groß ist wie  $t_{90}$ , was zwar theoretisch immer gelten müsste, aber praktisch nicht sehr oft vorkommt.

Mit obigen Einstellungen wurde das Inversion-Recovery Messung durchgeführt.

Für einen anschliessenden Hahn-Echo-Experiment benutzten wir folgende Einstellungen:  $\phi = 40^\circ$ ,  $f = 93,5\text{MHz}$  für beide Frequenzen und  $t_e = 0,2 \text{ms}$

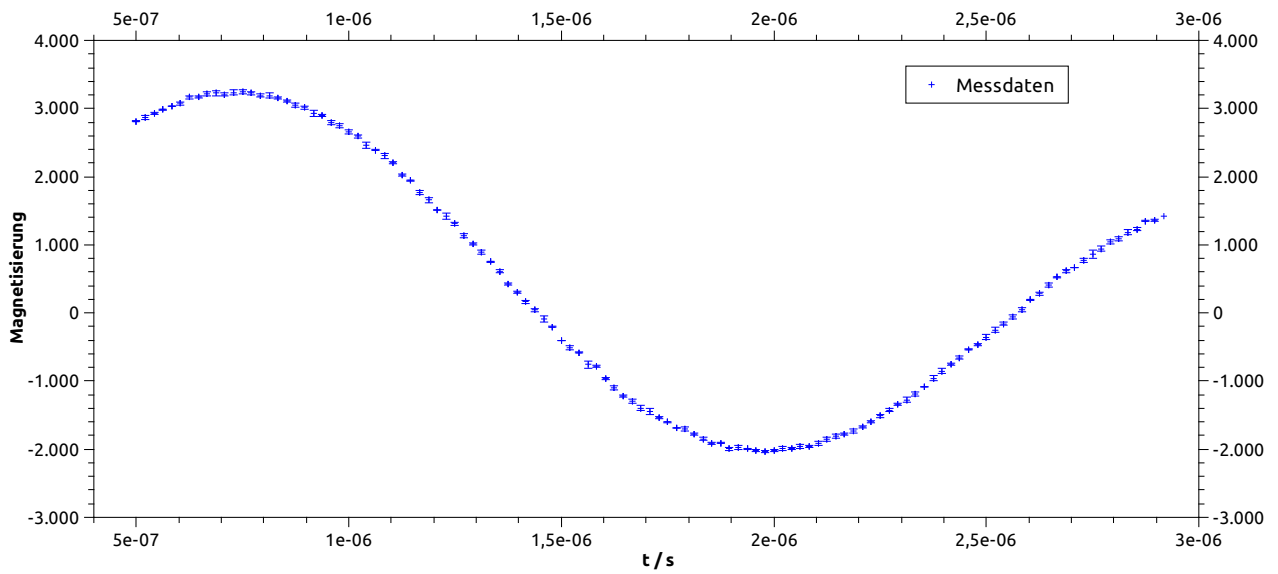


Abbildung 2.3: Bestimmung der 90°- und 180°-Pulsdauer für Wasser

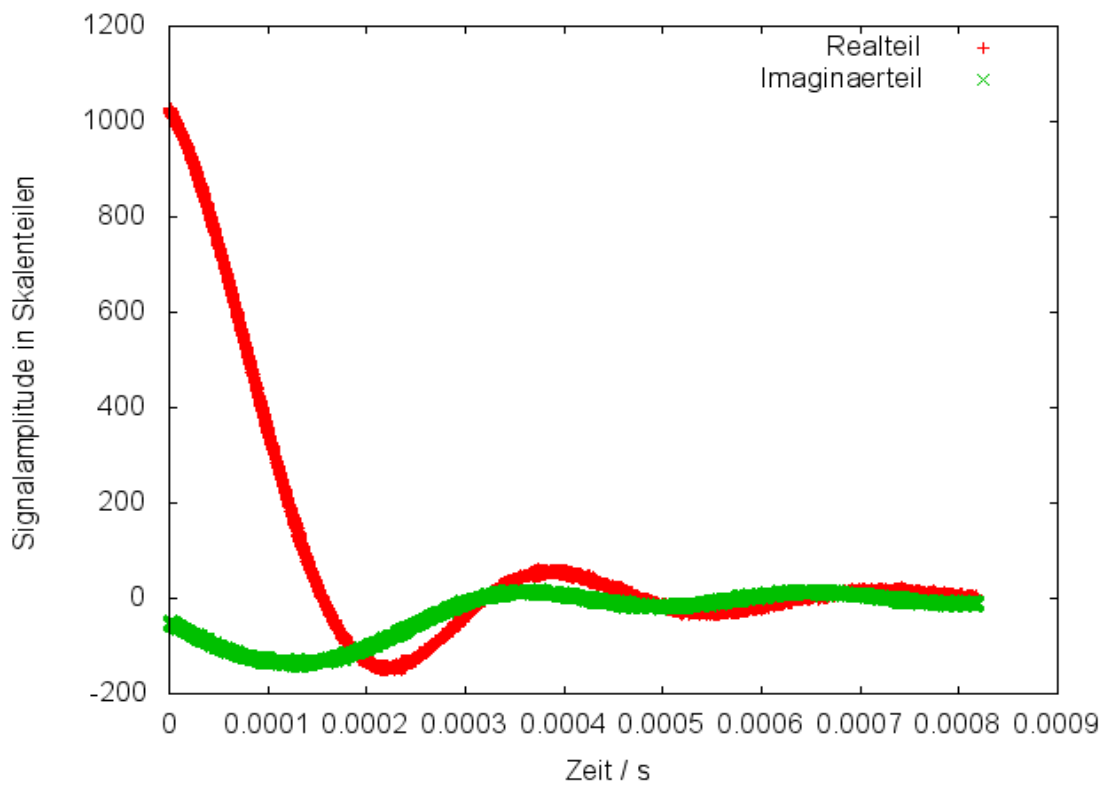


Abbildung 2.4: FID von Tetradekan



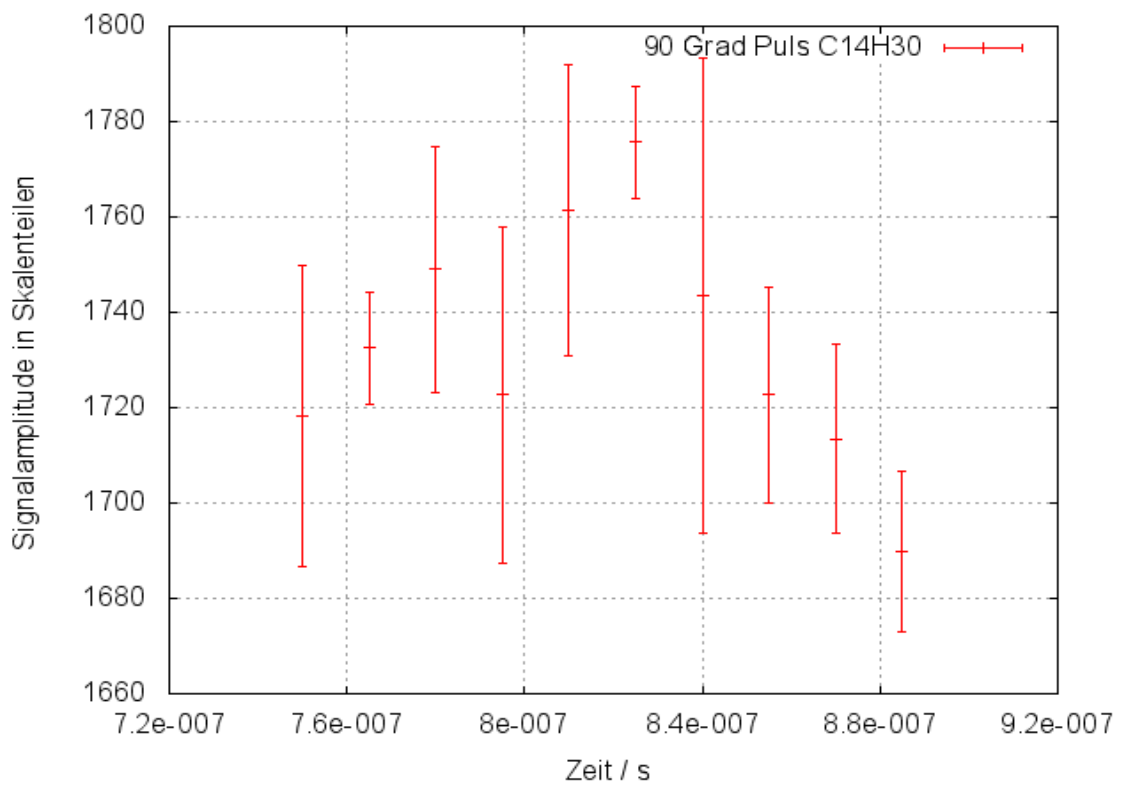


Abbildung 2.5: 90°-Puls von  $C_{14}H_{30}$

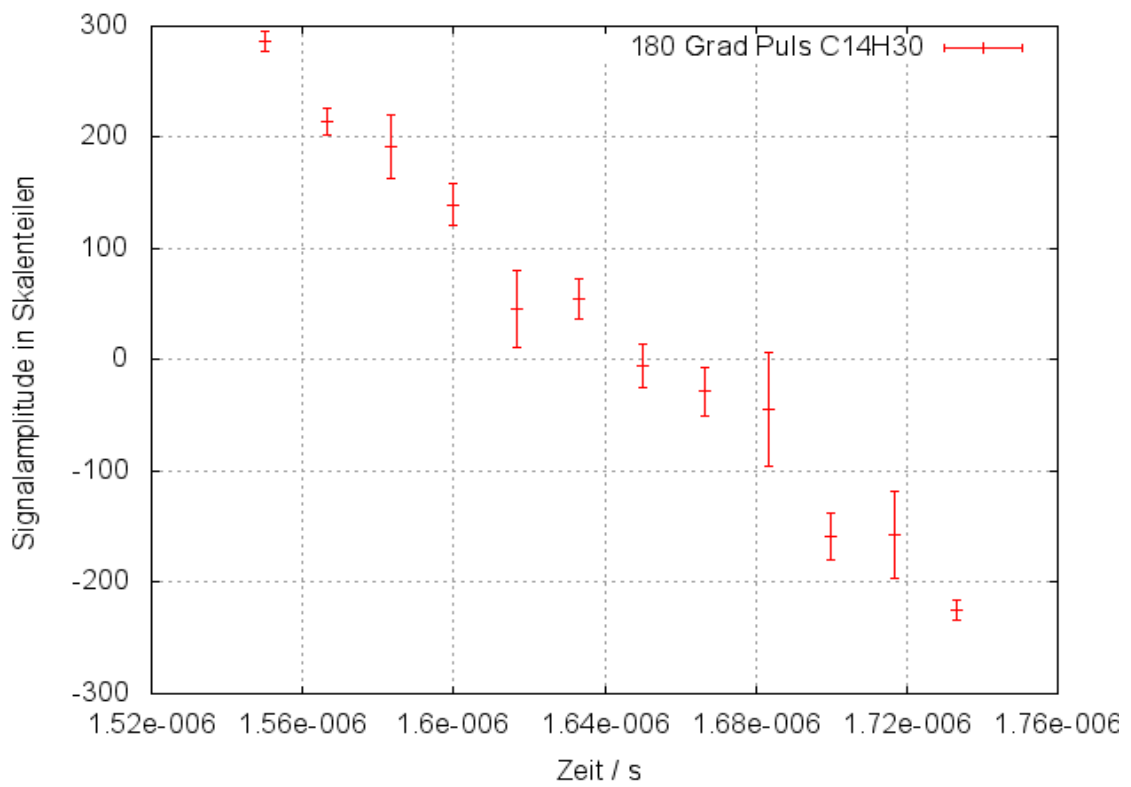


Abbildung 2.6: 180°-Puls von  $C_{14}H_{30}$

---

### 3 Auswertung

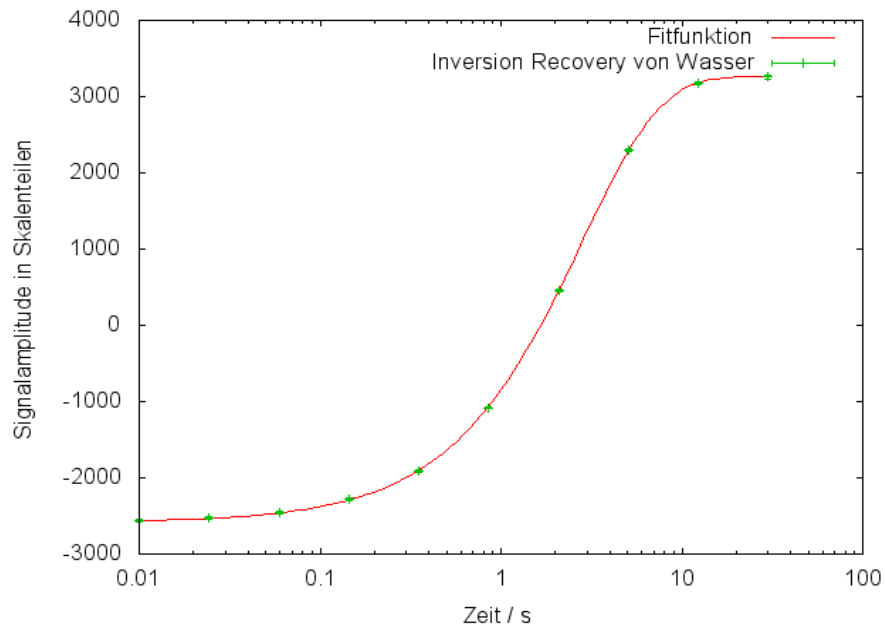
---

#### 3.1 Wasserprobe im "homogenen" Feld

---

##### 3.1.1 Inversion-Recovery-Experiment

---



**Abbildung 3.1:** Inversion Recovery von Wasser, Fit mit Glg. 1.1

Unsere Messdaten des Inversion-Recovery-Experiments mit Wasser passten wir mit der Funktion in Glg. 1.1 an (s. Abb. 3.1) und erhielten  $p = 1,792 \pm 0,003$  und  $T_1 = 2,84 \pm 0,01$  s.

---

##### 3.1.2 Hahn-Echo-Experiment

---

Wir machten ein Hahn-Echo-Experiment, um damit den Gradienten zu bestimmen, denn wir können bei Raumtemperatur bei Wasser von  $T_1 = T_2$  ausgehen und der Selbstdiffusionskoeffizient von Wasser ist bekannt (s. Abschn. 3.2.1). Unsere Daten passten wir mithilfe der Glg. 1.3 an und erhielten  $b = (80,5 \pm 0,4) \cdot 10^3$   $1/s^3$  (s. Abb. 3.2). Dies ergibt einen Gradienten in Höhe von  $g = (2,9 \pm 0,1) \cdot 10^{-2}$  T/m.

Wenn man unsere Messdaten mit der Gleichung ohne den Diffusionsterm (Glg. 1.2) anpassen will, scheitert dieser Versuch (s. Abb. 3.3). Somit hat sogar im "homogenen" Feld die Diffusion einen starken Einfluss auf die Messung.

---

#### 3.2 Wasserprobe im Gradientenfeld

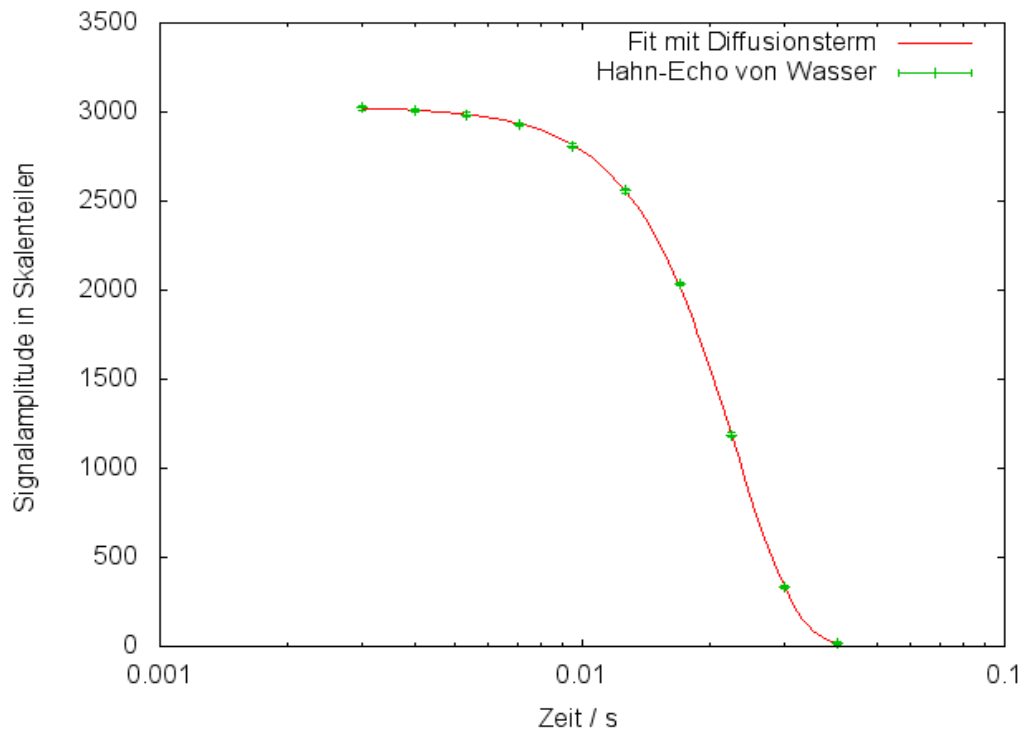
---

##### 3.2.1 Bestimmung des Selbstdiffusionskoeffizienten bei Wasser

---

Mit einem Typenblatt zum Temperatursensor [5] mit einer linearen Interpolation der Temperatur gegen den Widerstand, konnte die Temperatur der Probe bestimmt werden:

$$T(R)A \cdot R + B \tag{3.1}$$



**Abbildung 3.2:** Hahn-Echo von  $H_2O$ , Fit mit Glg. 1.3

mit  $A = 2,5726 \pm 0,0007 \text{ K/R}$  und  $B = -257,307 \pm 0,072 \text{ K}$ . Damit ist die Temperatur der Wasserprobe:  $T = 19,25^\circ \pm 0,28^\circ \text{ Celsius} = 292,4 \pm 0,28 \text{ K}$ . Damit ergibt sich der Wasserdiffusionskoeffizient mit (siehe [3]):

$$D = D_0 \left[ \frac{T}{T_s} - 1 \right]^\gamma \quad (3.2)$$

mit

- $D_0 = (1,635 \cdot 10^{-8} \pm 2,242 \cdot 10^{-11}) \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ ,
- $T_s = (215,05 \pm 1,2) \text{ K}$
- $\gamma = 2,063 \pm 0,051$

Der berechnete Wert ist damit  $D = (1,98 \pm 0,16) \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$

### 3.2.2 Messung

Zunächst stellten wir die Mess- und Einstrahlungsfrequenzen auf 93,5 MHz sowie die Empfängerphase auf  $40^\circ$  ein. Nun wollten wir den Gradienten des inhomogenen Magnetfeldes bestimmen, um damit die Selbstdiffusionskonstante von Tetradecan bestimmen zu können. Dazu führten wir ein stimuliertes Echo durch mithilfe der Funktion 1.4 mit  $t_e = 0,2 \text{ ms}$  durch. Aus dem Fit folgt  $b = 453 \pm 8 \text{ 1/s}$ , die Funktion schmiegt sich sehr genau an die Messdaten an (s. Abb. 3.4). Dies ergibt einen Gradienten in Höhe von  $g = 8,9 \pm 0,4 \text{ T/m}$ . Hier wird bereits deutlich, dass der Gradient im Streufeld deutlich größer ist als mittiger in der Spule, wie wir es beim Hahn-Echo-Experiment gesehen haben.

## 3.3 Tetradecan

### 3.3.1 Im homogenen Magnetfeld

Nach der Einstellung der Versuchsparameter und der Ermittlung der Pulsdauern machten wir eine Inversion Recovery, um die longitudinale Relaxationszeit zu erhalten. Mit einer Fitfunktion der Form Glg. 1.1 erhielten wir  $T_1 = 1,04 \pm 0,01 \text{ s}$  (s. Abb. 3.5).

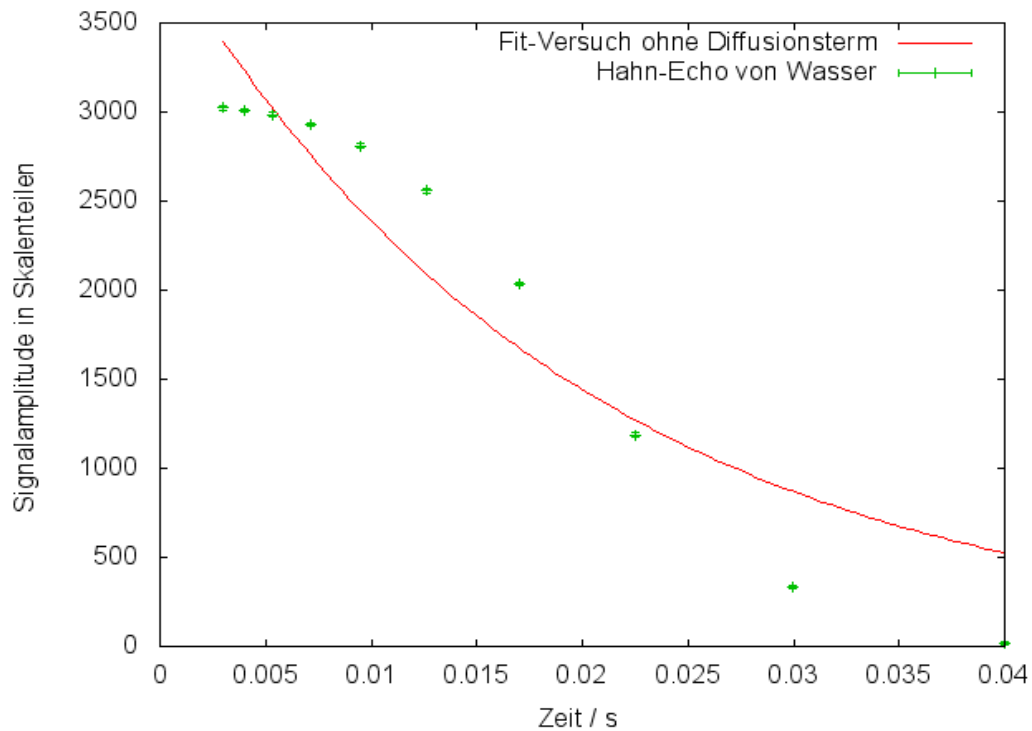


Abbildung 3.3: Hahn-Echo von  $H_2O$ , Fit-Versuch mit Glg. 1.2

### 3.3.2 Im magnetischen Streufeld

Um die Selbstdiffusionskonstante  $D$  von Tetradekan zu messen, führten wir ein stimuliertes Echo durch. Dazu stellten wir die Einstrahlungs- und Messfrequenz auf 93,5 MHz und die Empfängerphase auf  $40^\circ$  ein. Wie zuvor beim Wasser passten wir unsere Messdaten mit der gleichen Funktion  $f(t_m) = a \exp(-bt_m)$  an, wobei  $b = \gamma^2 g^2 t_e^2 D + 1/T_1$  mit  $t_e = 0,2$  ms ist. Dies ergab  $b = 124 \pm 4$  1/s, wobei sich auch hier die Fitfunktion sehr genau an unsere Messdaten anschmiegte (s. Abb. 3.6). Die Funktionen zur Berechnung von  $D$  und  $\Delta D$  sind ganz ähnlich wie die Gleichungen 1.5 und 1.6. Das Resultat lautet  $D = (5,4 \pm 0,9) \cdot 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ . Theoretisch

erwartet man (siehe [3]):

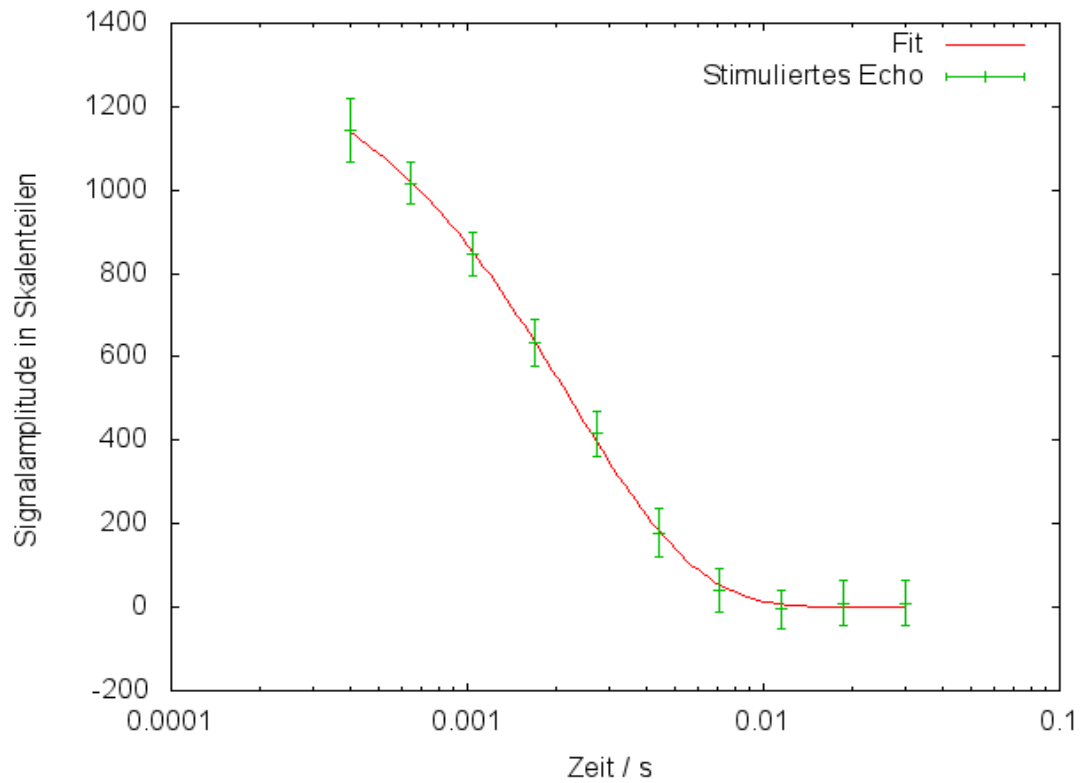
$$\ln(D \cdot 10^9 / \text{m}^2 \text{s}^{-1}) = C_1 + C_2 \left[ \frac{1000}{T/K} \right] \quad (3.3)$$

mit  $C_1 = 5,6286$  und  $C_2 = -1,8726$  für Tetradekan. Der Selbstdiffusionskoeffizient ergibt sich dann zu  $D = (0,4604 \pm 0,0028) \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ . Der erwartete Wert liegt innerhalb des Unsicherheitsintervalls vom gemessenen Wert.

### 3.4 Fazit

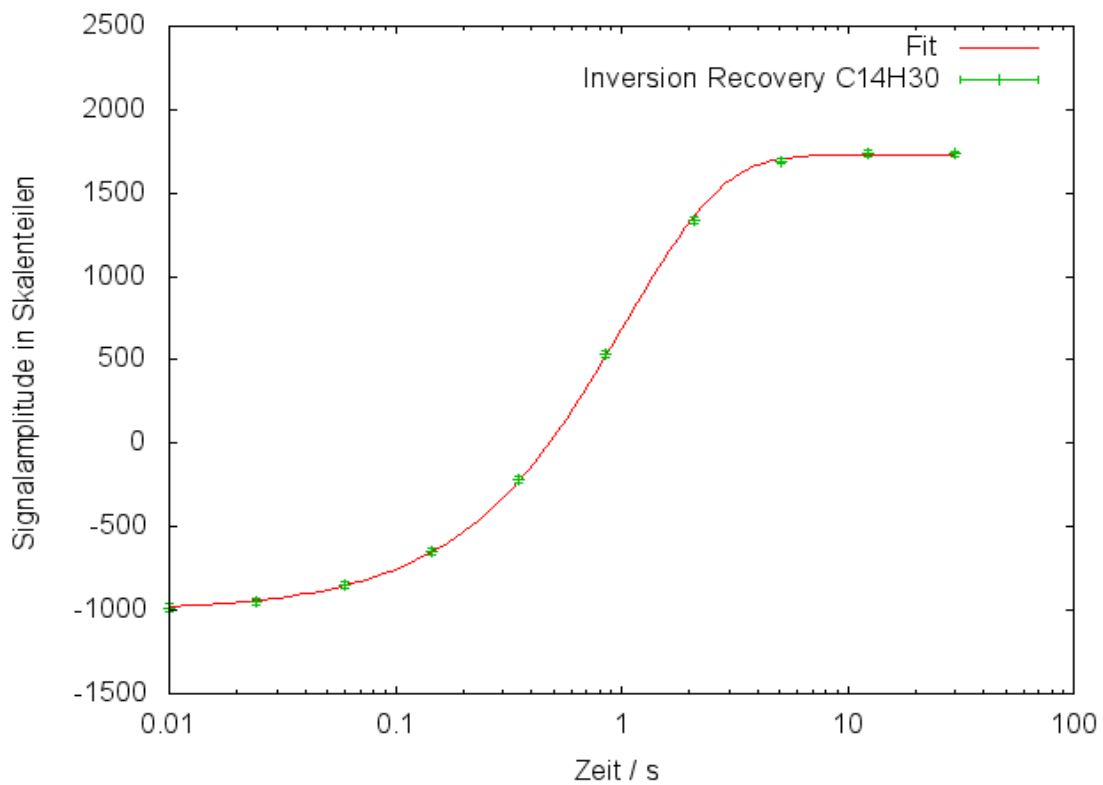
Wir erhielten für die Spin-Gitter-Relaxationszeiten  $T_{1,Wasser} = 2,84 \pm 0,01$  s und  $T_{1,Tetradekan} = 1,04 \pm 0,01$  s heraus, was bedeutet, dass der Austausch der Wasserstoffkerne von Tetradekan mit dem Gitter fast dreimal so schnell abläuft wie derjenige von Wasser. Da wir alles bei einer relativ hohen Temperatur ( $T = 19,3 \pm 0,3$  °C) gemessen haben, gilt  $T_1 = T_2$ . Außerdem können wir die Ergebnisse wegen der gleichen Temperatur bei allen Messungen vergleichen.

Der Gradient im "homogenen" Magnetfeld beträgt  $g_{hom} = (2,9 \pm 0,1) \cdot 10^{-2}$  T/m und derjenige im "inhomogenen" (also im Streufeld)  $g_{inh} = 8,9 \pm 0,4$  T/m, was über zwei Größenordnungen größer ist als der Gradient im homogenen Feld. Damit ist die Unterscheidung "homogen" und "inhomogen" zwar nachvollziehbar, jedoch sind auch im homogenen Feld die Einflüsse der Diffusion nicht zu vernachlässigen.

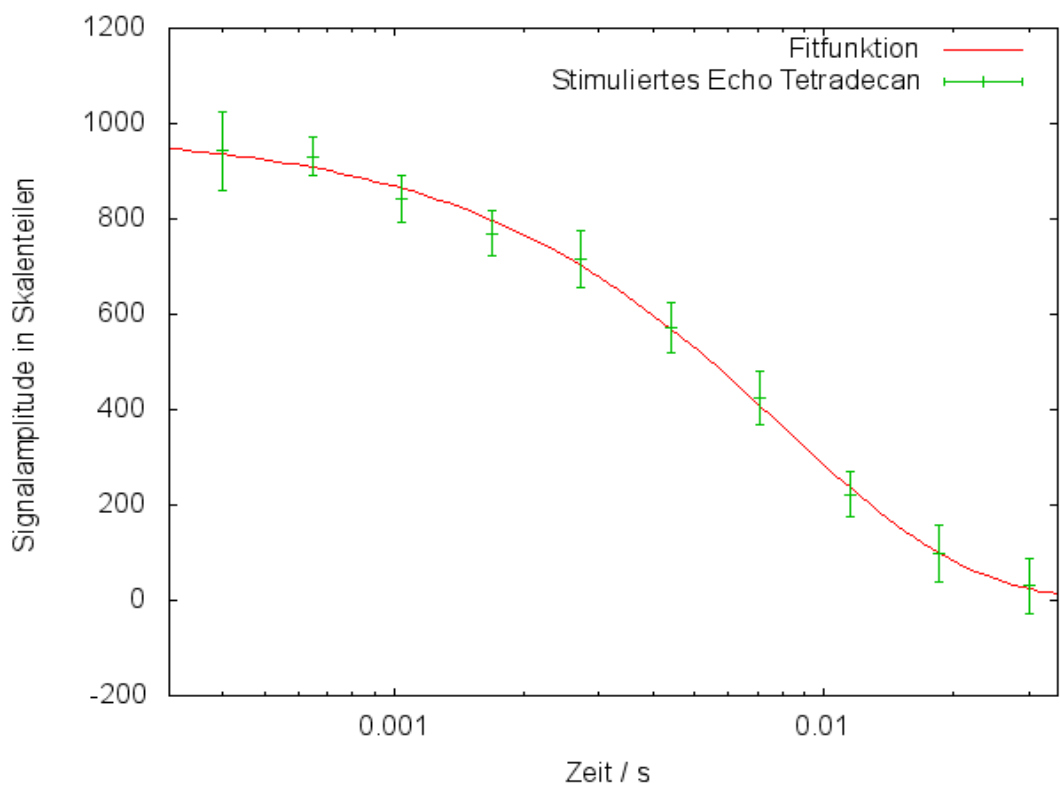


**Abbildung 3.4:** Stimuliertes Echo von  $H_2O$ , Fit mit Glg. 1.4

Der Selbstdiffusionskoeffizient von Tetradecan beträgt  $D_{lit} = 0,46 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ , gemessen wurde  $D_{Tetradecan} = (0,54 \pm 0,09) \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ , sodass der Literaturwert innerhalb der Messgenauigkeit liegt. Verglichen mit dem Literaturwert des Selbstdiffusionskoeffizienten von Wasser  $D_{Wasser} = 2,0 \pm 0,2 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ , ist die Selbstdiffusion beim Tetradecan viermal kleiner. Dies könnte daran liegen, dass Tetradecan durch seine höhere Masse träger auf das Gradientenfeld reagiert als Wasser.



**Abbildung 3.5:** Inversion Recovery von  $C_{14}H_{30}$ , Fit mit Glg. 1.1



**Abbildung 3.6:** Stimuliertes Echo von  $C_{14}H_{30}$ , Fit mit Glg. 1.4

---

## Literaturverzeichnis

---

- [1] Ch. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, Oldenbourg 2002 S.667-691
- [2] T.C.Farrar, E.D.Becker, Pulse and Fourier transform NMR, Academic Press, 1971, S.2-29
- [3] Manfred Holz, Stefan R. Heil, Antonio Sacco. Temperature-depent self-diffusion coefficients of water and six selected molecular liquids for calibration in accurate H NMR PFG measurements, Phys. Chem. Chem. Phys.,2000,2,4740-4742.
- [4] Magnetische Kernspinresonanz zum Studium der molekularen Dynamik. M.Scheuermann, A.Gädke, S.A.Lusceac, B.Geil, FFujara.;Institut für Festkörperphysik, TU Darmstadt; 2009
- [5] Typenblatt 90.60000. Grundwerte nach DIN EN 60 751 (ITS 90) für Pt 100-Temperatursensoren (Seite 8/11), JUMO GmBh & Co. KG, [www.jumo.net](http://www.jumo.net)