

**INSTYTUT FIZYKI JĄDROWEJ
im. H. Niewodniczańskiego
w Krakowie**

**MATERIAŁY
XXXI
OGÓLNOPOLSKIEGO
SEMINARIUM**

**NA TEMAT
MAGNETYCZNEGO REZONANSU JĄDROWEGO
I JEGO ZASTOSOWAŃ**

1 - 2 grudnia 1998

KRAKÓW 1999

Badanie reorientacji molekularnych metodą solid echa.

P. Bilski, *N. A. Sergeev, J. Wąsicki

Instytut Fizyki, Uniwersytet im. A. Mickiewicza, Poznań.

* Instytut Fizyki, Uniwersytet Szczeciński, Szczecin.

Metoda solid echa polega na przyłożeniu do badanej próbki dwóch impulsów 90° o częstotliwości radiowej przesuniętych w fazie o 90° (90_y° i 90_x°) następujących po sobie po czasie τ [1,2]. Reorientacje molekularne mogą w znaczący sposób wpływać na amplitudę solid echa [3,4,5].

Jak pokazano w [3] amplitudę maksimum solid echa można opisać następującym wzorem:

$$V(2\tau) = \exp \left\{ -\Delta M_2 \tau_c^2 \left(\left[1 + \frac{2\tau}{\tau_c} \right] - \left[2 - \exp \left(-\frac{\tau}{\tau_c} \right) \right]^2 \right) \right\} \quad (1)$$

Dla szybkich reorientacji molekularnych, gdy spełniony jest warunek, $\tau / \tau_c \gg 1$, wzór (1) przyjmuje postać:

$$V(2\tau) \propto \exp[-2\Delta M_2 \tau \tau_c] \quad (2)$$

Minimum temperaturowej zależności $V(2\tau)$ wystąpi wówczas, gdy spełniony będzie warunek: $\tau / \tau_c = 1.8937$.

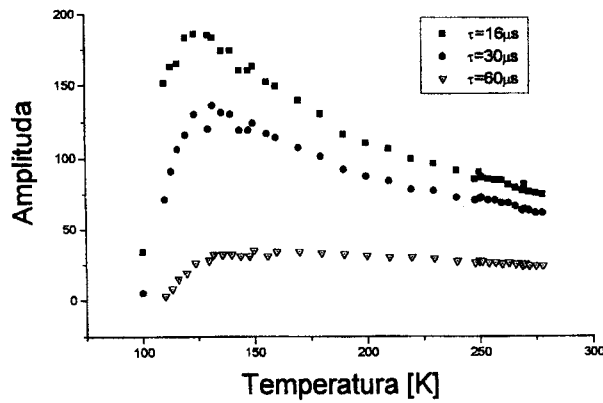
Zatem pomiary maksimum amplitudy sygnału solid echa w funkcji temperatury dostarczą nam informacji o czasie korelacji charakteryzującym reorientacje molekularne.

W ostatnim czasie dużym zainteresowaniem cieszą się badania reorientacji molekularnych pomiędzy dwoma lub większą liczbą nierównoważnych minimów energii potencjalnej. W pracy [6] pokazano, że takie reorientacje będą również wpływać na amplitudę solid echa.

Testowe pomiary metodą solid echa wykonano dla polikrystalicznej próbki benzenu (BHD, spektralnie czysty).

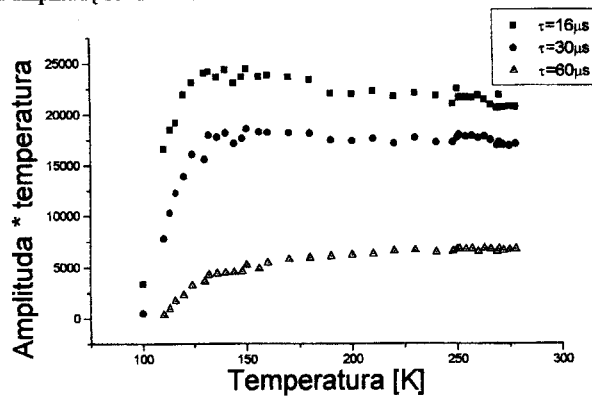
Pomiary wykonano przy użyciu impulsowego spektrometru MRJ, pracującego przy częstotliwości 60 MHz, w zakresie temperatur od 100 K do temperatury topnienia (278 K). Czas trwania impulsu 90° wynosił 3,6 μ s.

Na rysunku 1 pokazano temperaturową zależność amplitudy maksimum solid echa dla benzenu dla różnych τ .



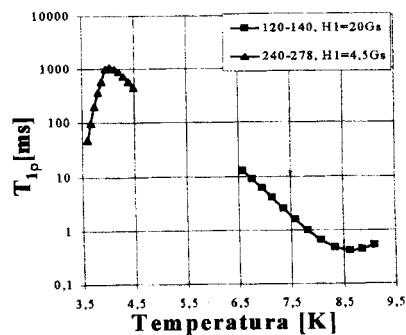
Rys. 1. Zależność maksimum amplitudy solid echa od temperatury dla benzenu dla różnych τ .

Otrzymane wyniki pomnożono przez temperaturę co pozwoliło na wyeliminowanie jej wpływu na amplitudę solid echa.



Rys. 2. Zależność iloczynu maksimum amplitudy solid echa i temperatury od temperatury dla benzenu dla różnych τ .

Wykonano również pomiary czasu T_{1p} w przedziałach temperatur od 120 - 140 K oraz od 223 - -278 K. Z zależności $\ln T_{1p}(1/T)$ wyznaczono parametry aktywacyjne, które zebrano w tabeli 1 i porównano z danymi doświadczalnymi z pracy [7].

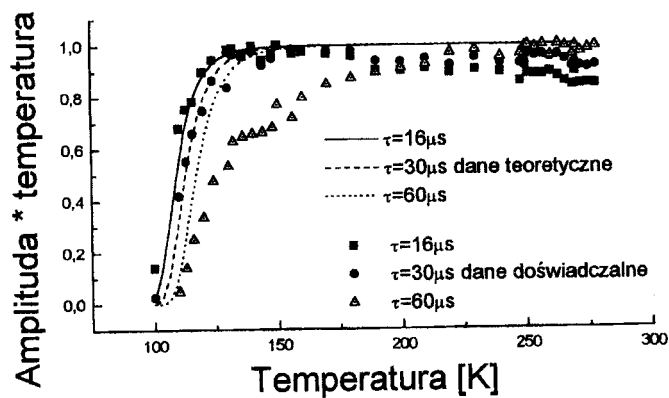


Rys.3. Zależność czasu T_{1p} od odwrotności temperatury dla benzenu.

Tabela 1. Parametry aktywacyjne dla benzenu wyznaczone z pomiarów T_{1p}

	nasze pomiary		pomiary z pracy [7]	
	zakres niskich temperatur	zakres wysokich temperatur	zakres niskich temperatur	zakres wysokich temperatur
τ_0 [s]	$1,97 \cdot 10^{-14}$	-	$4,98 \cdot 10^{-15}$	-
E_a [kcal/mol]	4,069	20,01	4,49	22,46
ΔM_2 [Gs ²]	7,16	-	-	-

Znając parametry E_a , τ_0 i ΔM_2 , wyznaczone z pomiarów czasu T_{1p} oraz korzystając z relacji (2), wyznaczono teoretyczny przebieg maksimum amplitudy solid echa w funkcji temperatury (rysunek 4).



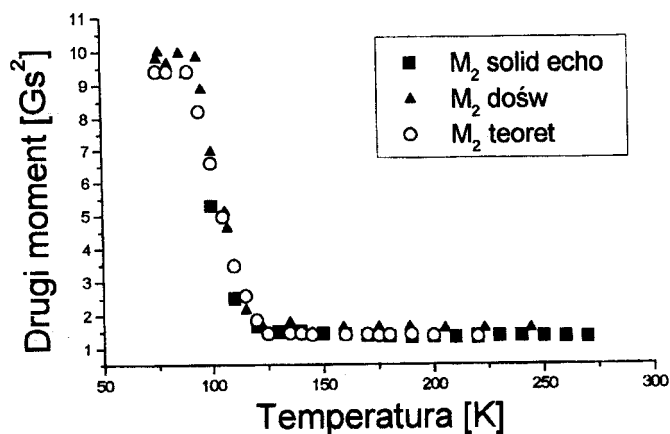
Rys.4. Porównanie danych doświadczalnych maksimum amplitudy solid echa z teoretycznymi dla różnych τ .

Kształt sygnału solid echa opisano za pomocą następującej funkcji:

$$F(\tau, t) = A_0 \cdot \exp\left(-\frac{A_2}{2} \tau^2\right) \cdot \exp\left(\left(-\frac{A_2}{2} t^2\right) \cdot \left(1 + A_1 + (1 - A_1) A_2 \tau + \frac{1}{2} (1 + A_1) A_2^2 \tau^2 t^2\right) + A_3\right), \quad (3)$$

gdzie τ jest odstępem między impulsami 90° , t jest czasem liczonym od zakończenia drugiego impulsu 90° , A_0 jest amplitudą sygnału solid echa w maksimum, A_1 jest czynnikiem fazowym, $M_2 = 1,4 \cdot 10^3 \cdot A_2 [\text{Gs}^2]$, natomiast A_3 wartością poziomą zerowego.

Na rysunku 5 przedstawiono wyniki obliczeń drugiego momentu [8], doświadczalne - uzyskane z pomiarów szerokich linii oraz uzyskane z dopasowania do sygnału solid echa.



Rys. 5. Temperaturowa zależność drugiego momentu dla benzenu.

Literatura:

- [1] J.G. Powels and P. Mansfield, *Phys. Lett.* 2, 58 (1962).
- [2] J.G. Powels and J.H. Strange, *Proc. Phys. Soc.* 6, 82, (1963).
- [3] H. W. Spiess and H. Sillescu, *J. Magn. Res.*, 42, 381 (1981);
- [4] N. A. Sergeev, D. S. Ryabushkin and Yu. N. Moskvich, *Phys. Lett.*, 104A, 97 (1984).
- [5] T. B. Smith, E. A. Moore and M. Mortimer, *J. Phys.* C14, 3965 (1981);
- [6] N. A. Sergeev, *Mat. XXX Semin. MRJ, Kraków* 1997 s.95.
- [7] F. Noack, M. Weithase, J. Von Schütz, *Z. Naturforsch.* 30a, 1707 (1975).
- [8] R. Goc, *Z. Naturforsch.* 52a, 477 (1997).