

NMR op de HF banden

(ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

6^e RF Seminar 2017/2018

NMR op de HF banden

(ofwel Robert 's NMR detector,WIP)

- Wat is NMR?
- Hoe werkt het?
- Wat is de historie?
- Hoe meet je het NMR verschijnsel?
- Wat zijn de problemen bij de bouw van de detector?
- Hoe denken we die op te lossen?

NMR op de HF banden

(ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

De historie

- 1925 Uhlenbeck en Goudsmit ontdekken het concept van de electronenspin.
- 1937 Rabi neemt het kernspinresonantie effect waar.
- 1945 Purcell & Bloembergen tonen ^1H en ^{19}F NMR in paraffine aan.
- 1946 Bloch demonstreert NMR in water.
- 1957 Lauterbur toont ^{13}C NMR spectra.
- 1961 De eerste NMR spectrometers komen commercieel beschikbaar.
- 1971 Demanian maakt de eerste 2D MRI beelden wat later leidt tot MRI.
- 1991 Ernst krijgt de Nobelprijs voor high resolution 2D NMR spectroscopie.
- 2001 Wütrich ontvang de Nobelprijs voor de ontwikkeling van 3D NMR.
- 2003 Lauterbur en Mansfield krijgen de Nobelprijs voor hun werk op het gebied van MRI.

NMR op de HF banden

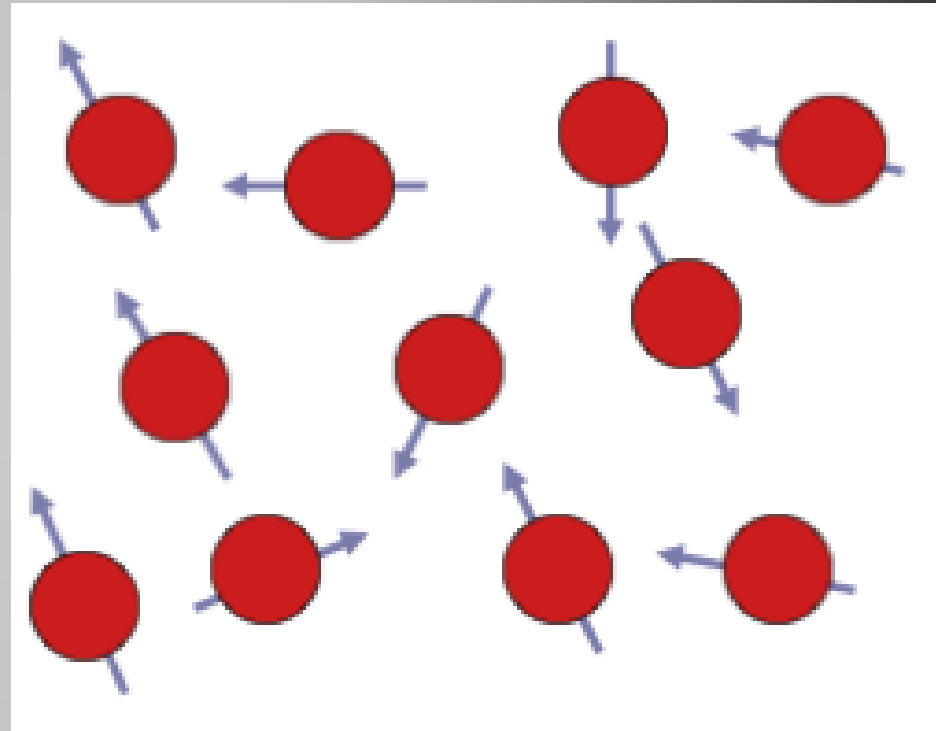
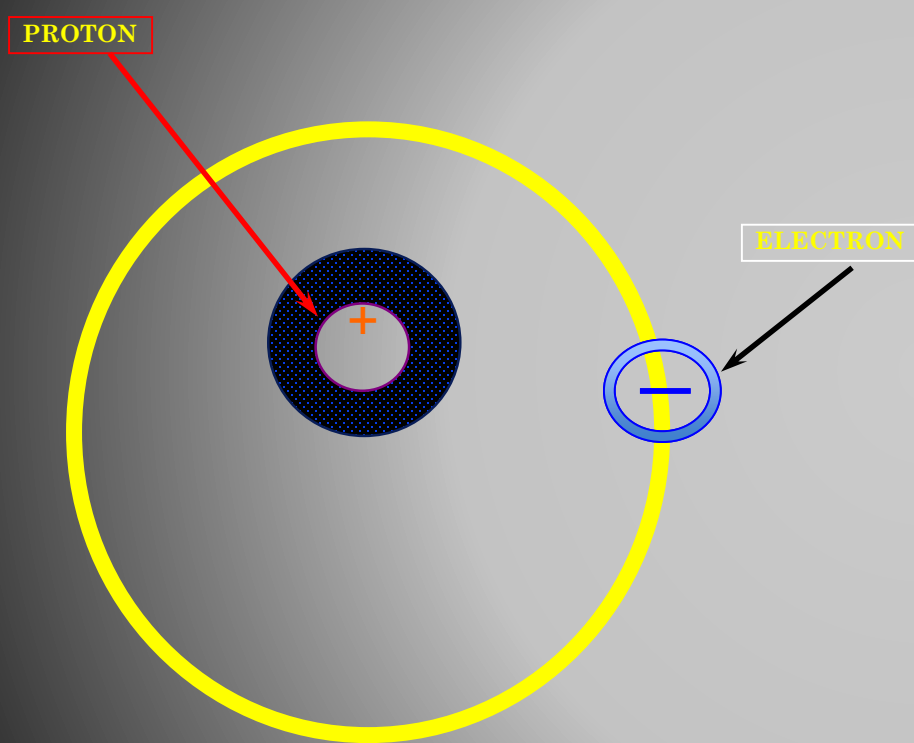
(ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

- NMR (Nuclear Magnetic Resonance) is quantum mechanical phenomenon dealing with elementary particles.
- All elementary particles have one or more of the following properties:
 - Mass
 - Spin
 - Charge
- NMR deals with the spin of the nucleus, ESR deals with the spin of the electron.
- Nuclei with odd number of protons possess a net nuclear spin.
- ^1H , ^{13}C , ^{17}O , ^{19}F , ^{23}Na are amongst the nuclei with a net spin.
- The nuclear spin can be regarded as a charge vector .
- Since protons have a positive charge it possesses a magnetic moment.
- In the absence of a magnetic field (B_0) the total magnetic moment is zero.

NMR op de HF banden

(ofwel Robert 's NMR detector,WIP)

The hydrogen atom



Since the spin quantum number of $^1\text{H} = \frac{1}{2}$
There exists two vector states of the proton, let's call them
'up' and 'down'.

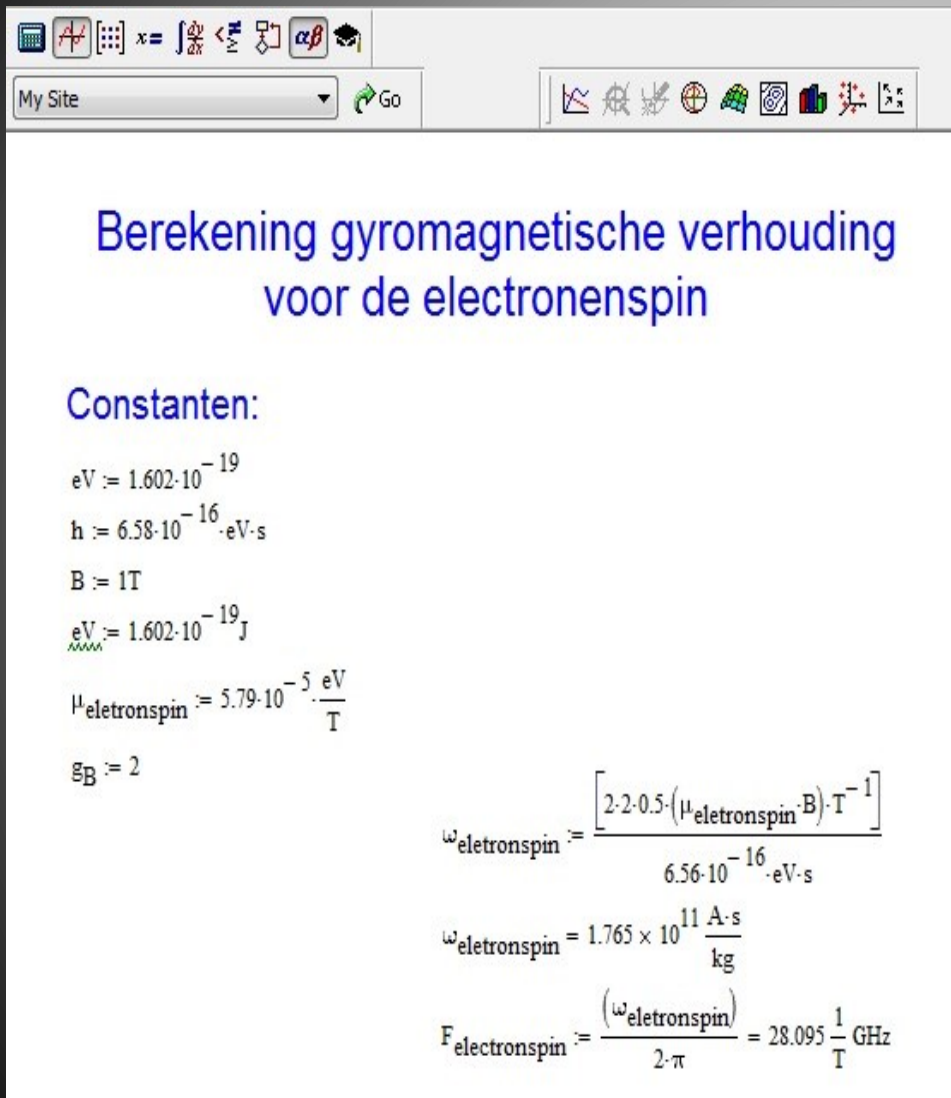
NMR op de HF banden

(ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

- De spin frequentie wordt bepaald door de sterkte van het aangelegde magnetisch veld.
- Het verband tussen de frequentie en de sterkte van het magnetisch veld wordt gegeven door de z.g. Larmor constante (γ) voor het betreffende nucleus of elektron.
- Het verband is eenvoudig: $\omega_n = \gamma_n \times B_0$.

NMR op de HF banden

(ofwel Robert's NMR detector, WIP)



Berekening gyromagnetische verhouding voor de electronenspin

Constanten:

$$eV := 1.602 \cdot 10^{-19}$$
$$h := 6.58 \cdot 10^{-16} \cdot eV \cdot s$$
$$B := 1T$$
$$eV := 1.602 \cdot 10^{-19} J$$
$$\mu_{\text{eletronspin}} := 5.79 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{eV}{T}$$
$$g_B := 2$$
$$\omega_{\text{eletronspin}} := \frac{2 \cdot 2 \cdot 0.5 \cdot (\mu_{\text{eletronspin}} \cdot B) \cdot T^{-1}}{6.56 \cdot 10^{-16} \cdot eV \cdot s}$$
$$\omega_{\text{eletronspin}} = 1.765 \times 10^{11} \frac{A \cdot s}{kg}$$
$$F_{\text{eletronspin}} := \frac{(\omega_{\text{eletronspin}})}{2 \cdot \pi} = 28.095 \frac{1}{T} \text{ GHz}$$

Op identieke manier vind je de Larmor constante voor de verschillende nucleï:

$$\gamma_{\text{electron}} = 28.1 \text{ GHz./T.}$$

$$\gamma_{1H} = 42.5 \text{ MHz./T.}$$

$$\gamma_{13C} = 10.7 \text{ MHz./T.}$$

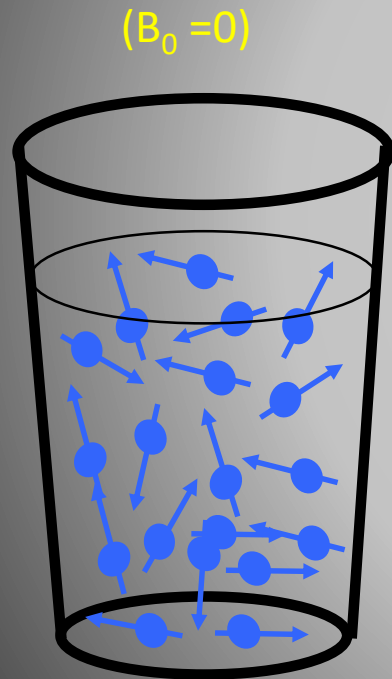
$$\gamma_{23Na} = 11.3 \text{ MHz./T.}$$

Wij beperken ons tot de detectie van 1H .

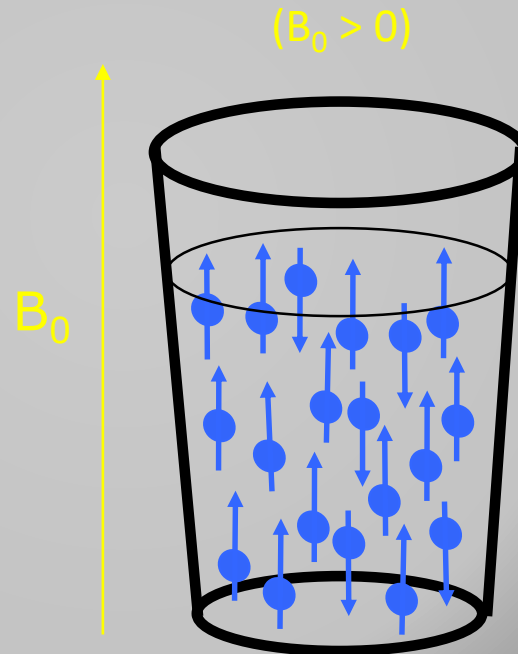
NMR op de HF banden

(ofwel Robert's NMR detector, WIP)

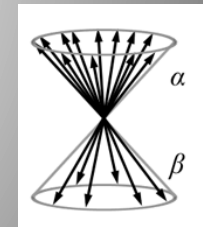
De ^1H spins in een glas water in afwezigheid van een magnetisch veld.



De ^1H spins in een glas water maar nu in een magnetisch veld



Het magnetisch moment $M_0 > 0$



M_0

(De spin vectoren lijnen op in de veld richting, maar er is geen fase coherentie)

NMR op de HF banden

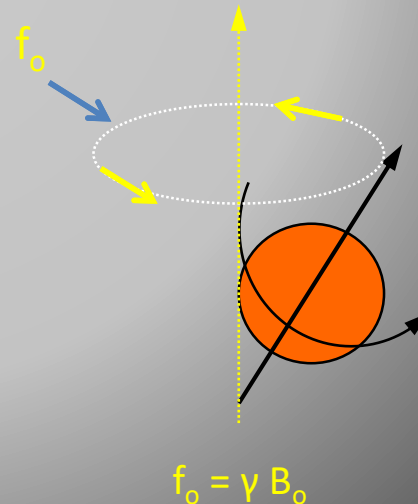
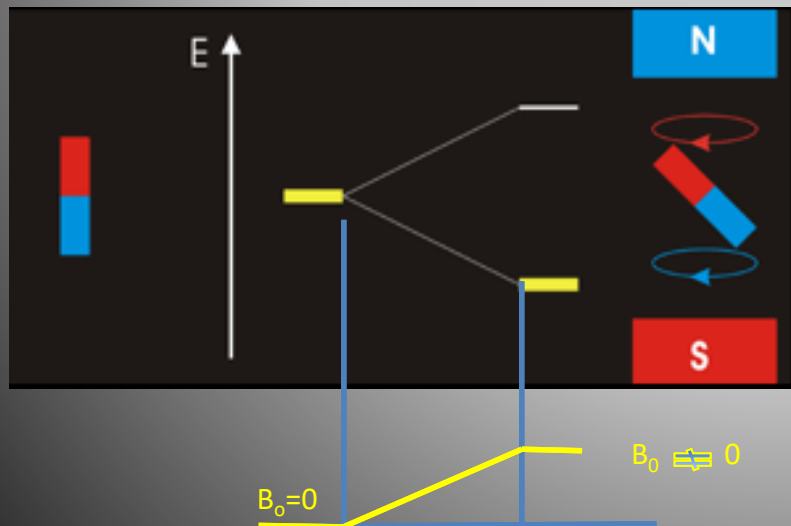
(ofwel Robert's NMR detector, WIP)

At room temperature (320⁰ K) and in magnetic field (B_0) of 1T. the population difference is about 4×10^{17} per gmol H₂O ($2 \times 6.03 \times 10^{23}$ spins). Meaning that about an additional 3 spins per 10^6 spin are in a lower energy state.

By applying a magnetic field following happens:

Spins align themselves with the magnetic field (B_0) depending upon their energy level , with or opposite the magnetic field. (spin up, spin down).

Spins will be precessing along the magnetic axis with a frequency proportional to the field strength.



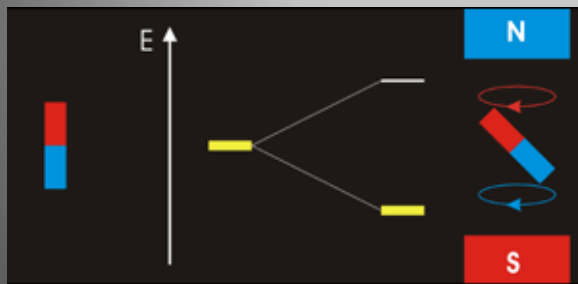
(γ = Larmor's constant 42.57 MHz/T)

NMR op de HF banden

(ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

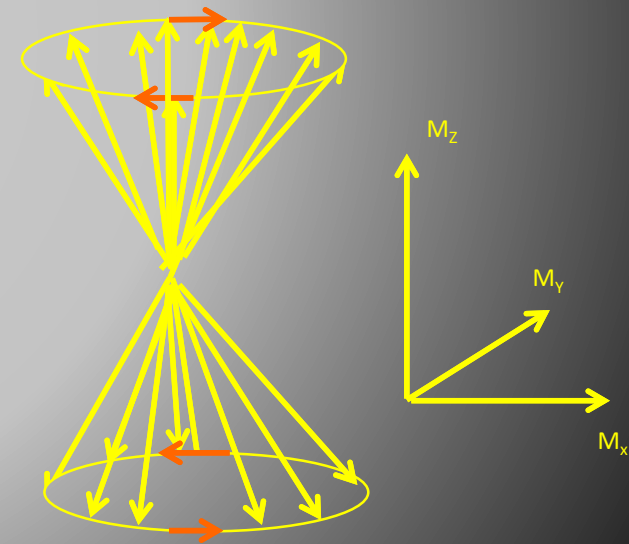
Precession of the spin vectors in a static magnetic field B_0

There is an excess of spins in the lower energy level



$$(f_0 = \gamma/2\pi B_0 = 42.57 \text{ MHz/T for } ^1\text{H})$$

Introducing :
'The rotating frame of reference'

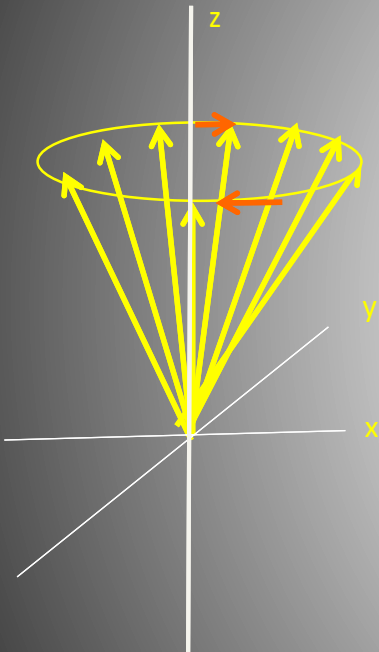


Magnetisation in xy plane is zero

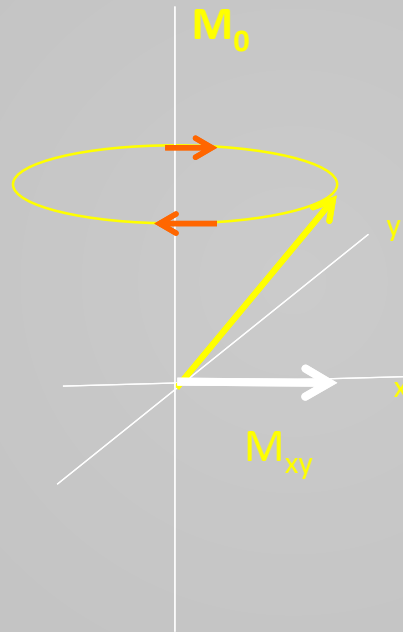
NMR op de HF banden

(of wel Robert's NMR detector, WIP)

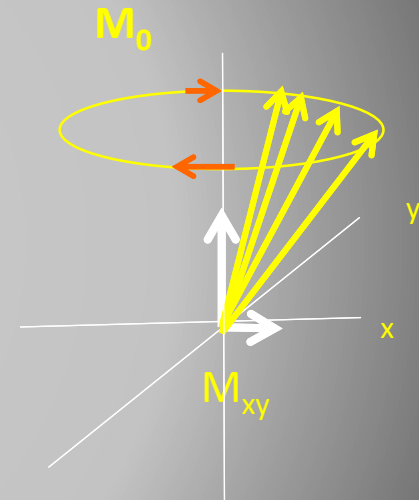
H1 absent



H1 field applied



H1 veld turned off again

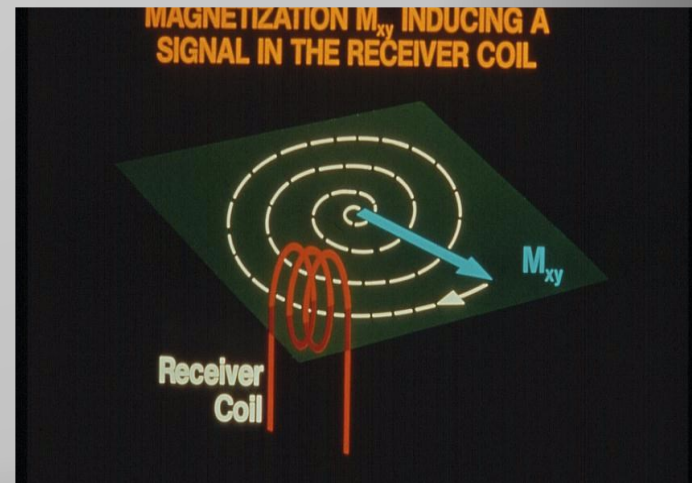
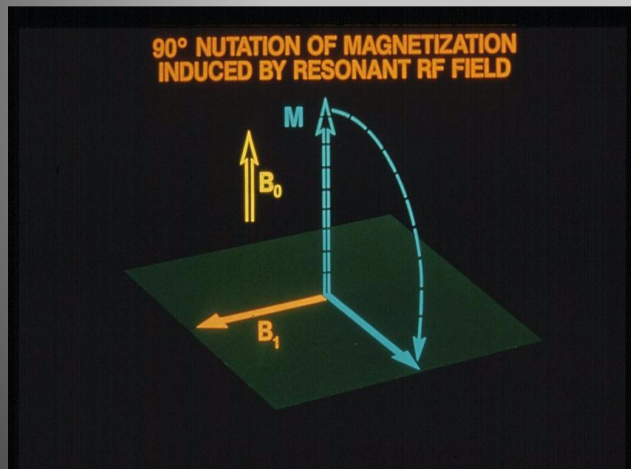
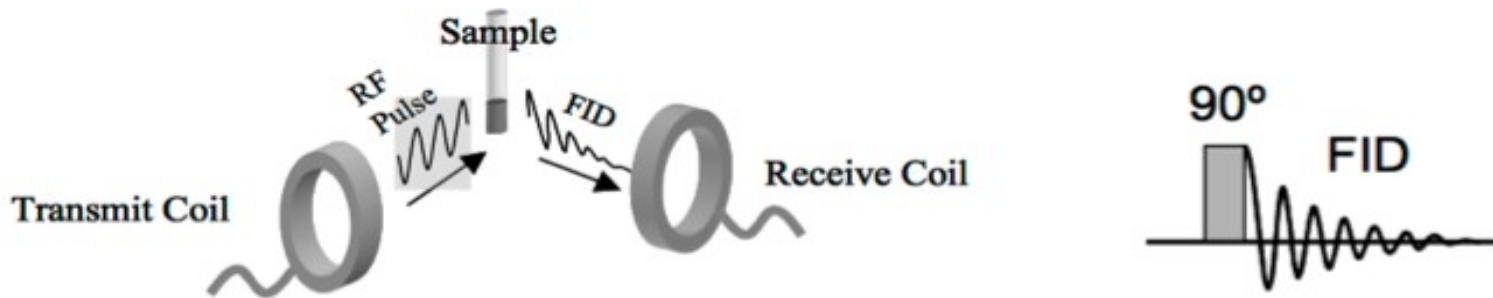


Relaxation may take as much as 5000 ms.

Max M_{xy} = flip @ 90°

NMR op de HF banden

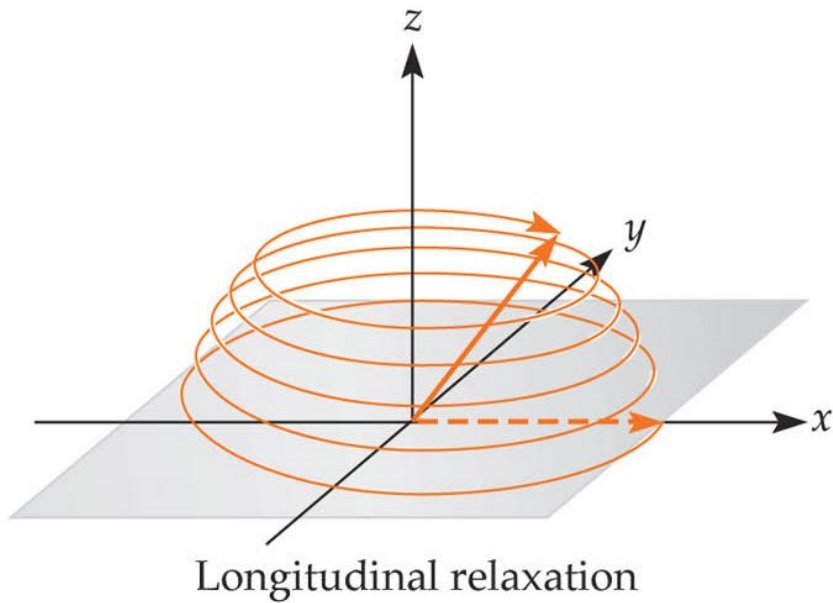
(of wel Robert's NMR detector, WIP)



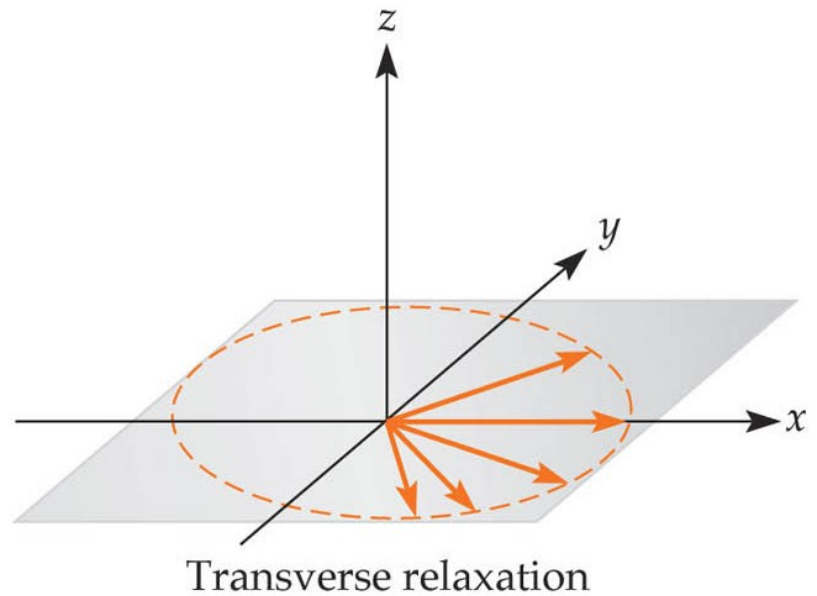
NMR op de HF banden

(of wel Robert 's NMR detector,WIP)

(A)



(B)



NMR op de HF banden

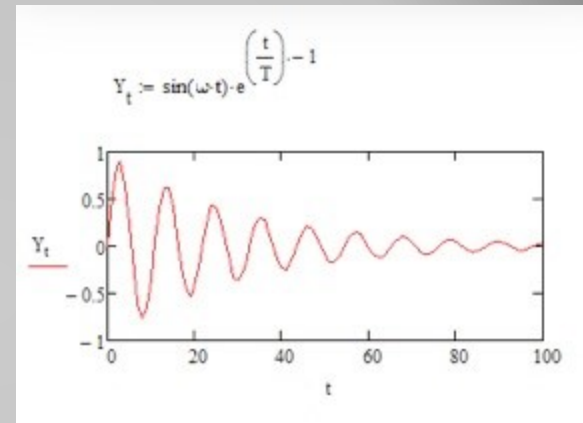
(ofwel Robert's NMR detector, WIP)

$$S = M \cdot e^{-j\omega t / T_2}$$

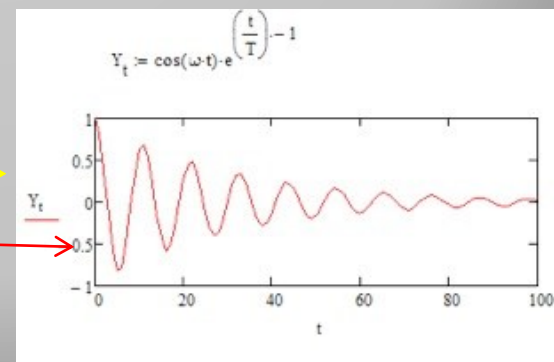
(Euler)



$$S = M \{ \sin(\omega t) \cdot e^{-T_2} + j \cdot \cos(\omega t) \cdot e^{-T_2} \}$$



Real



Imaginary
(+/- 90°)

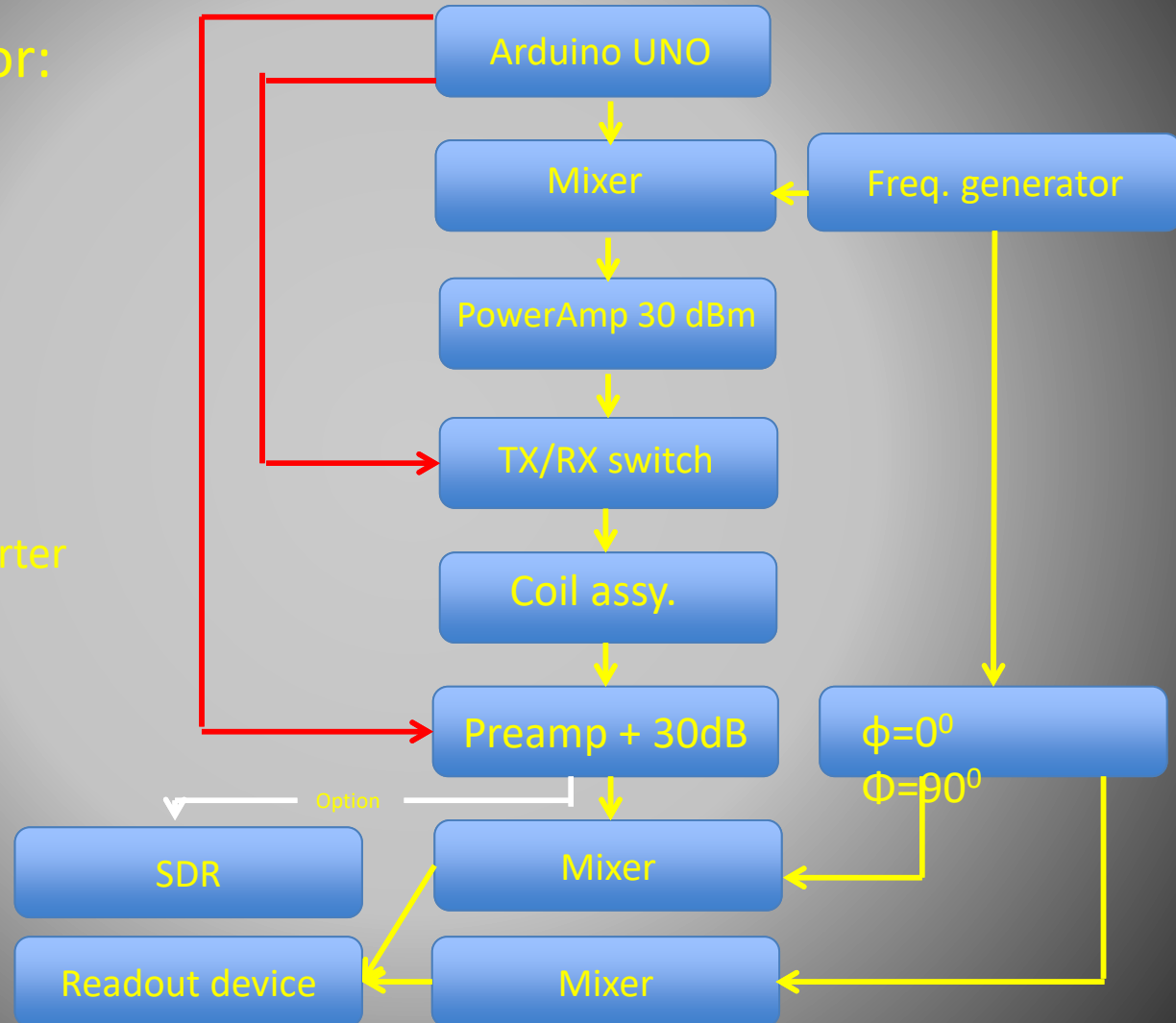
Note:
This graph is actually perpendicular to you, but I don't know how to draw that.
That is why I added 90°

NMR op de HF banden

(of wel Robert's NMR detector,WIP)

De NMR detector:

1. Pulse controller
2. Pulse zender
3. TX/RX spoel
4. T/R switch
5. FID ontvanger
6. Baseband converter
7. Readout device



NMR op de HF banden

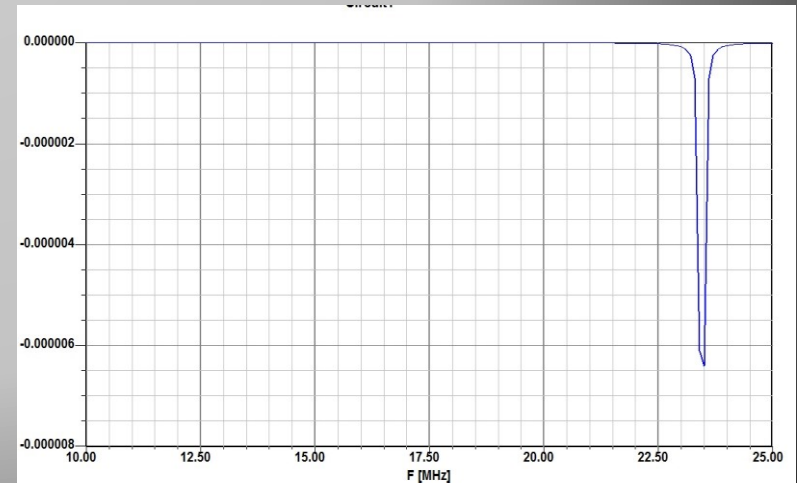
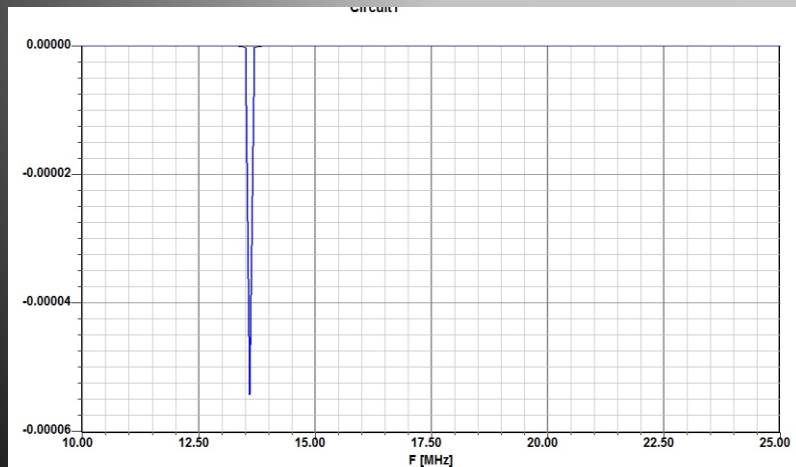
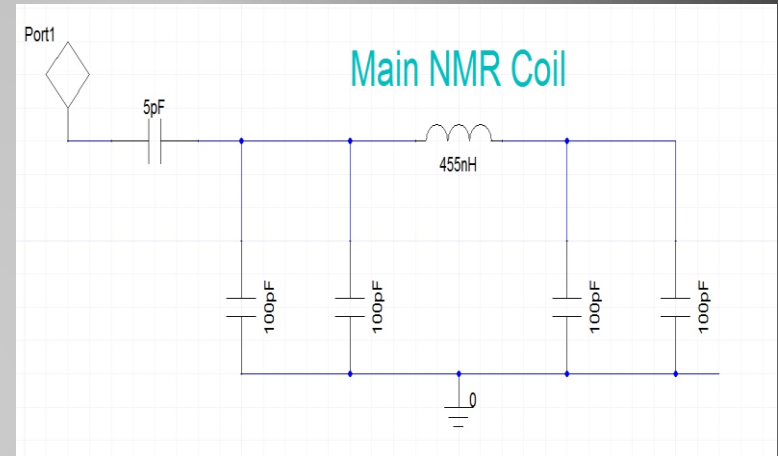
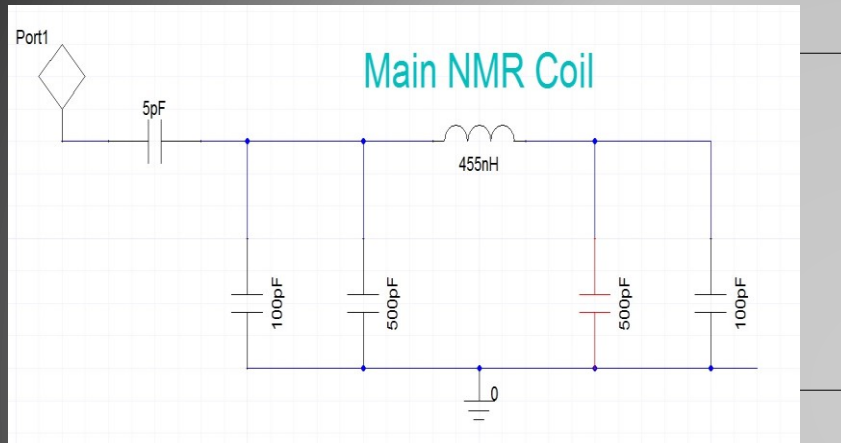
(of wel Robert 's NMR detector, WIP)

- Het NMR signaal (FID).
- Standaard test: ^1H van water – klein molecuul.
- Natuurlijk voorkomen: 99.5%
- Veel ^1H per volume eenheid.
- Acceptabele T_1 en T_2 .
- Lijnbreedte ± 2 Hz. bij 0.5 T.
- Dat vereist een lokale B_0 homogeniteit van 0.1 ppm (!)

NMR op de HF banden

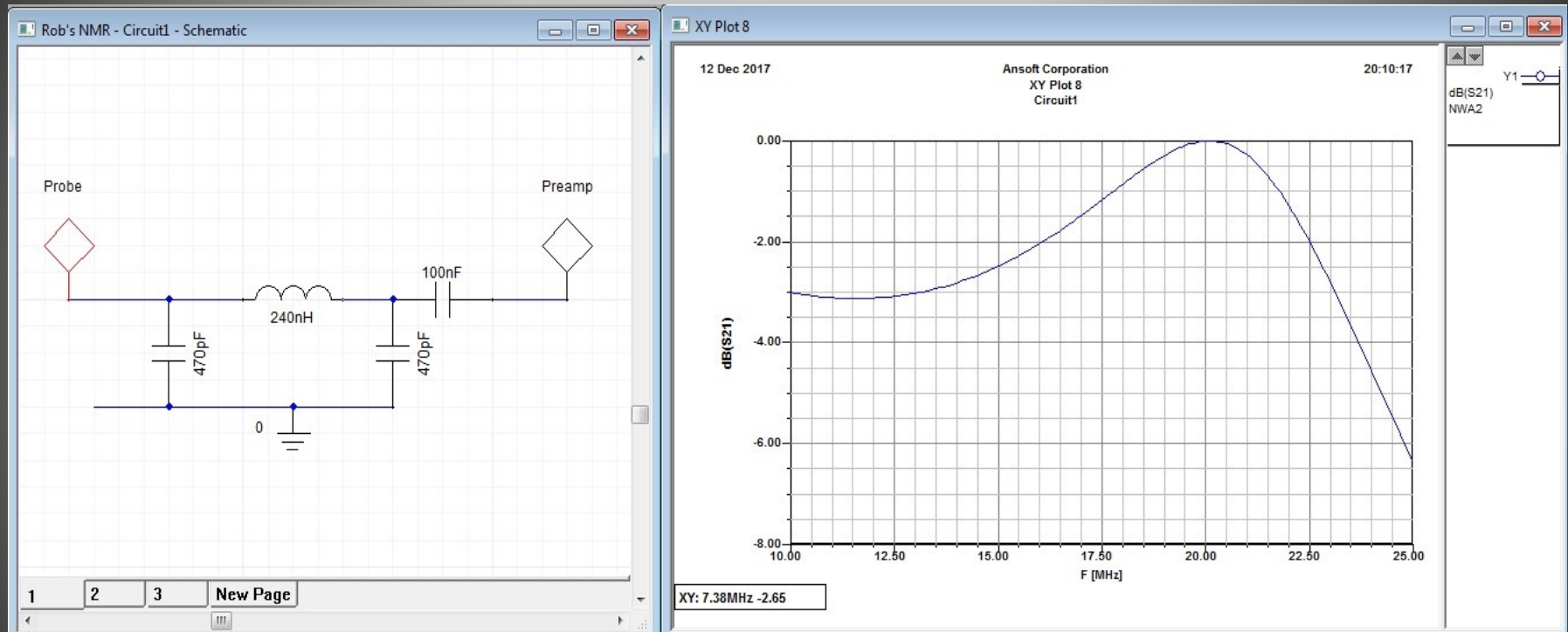
(of wel Robert 's NMR detector,WIP)

Based upon a 4.7 kGauss magnet ($F_0 \pm 20$ MHz.) the front end simulation.



NMR op de HF banden

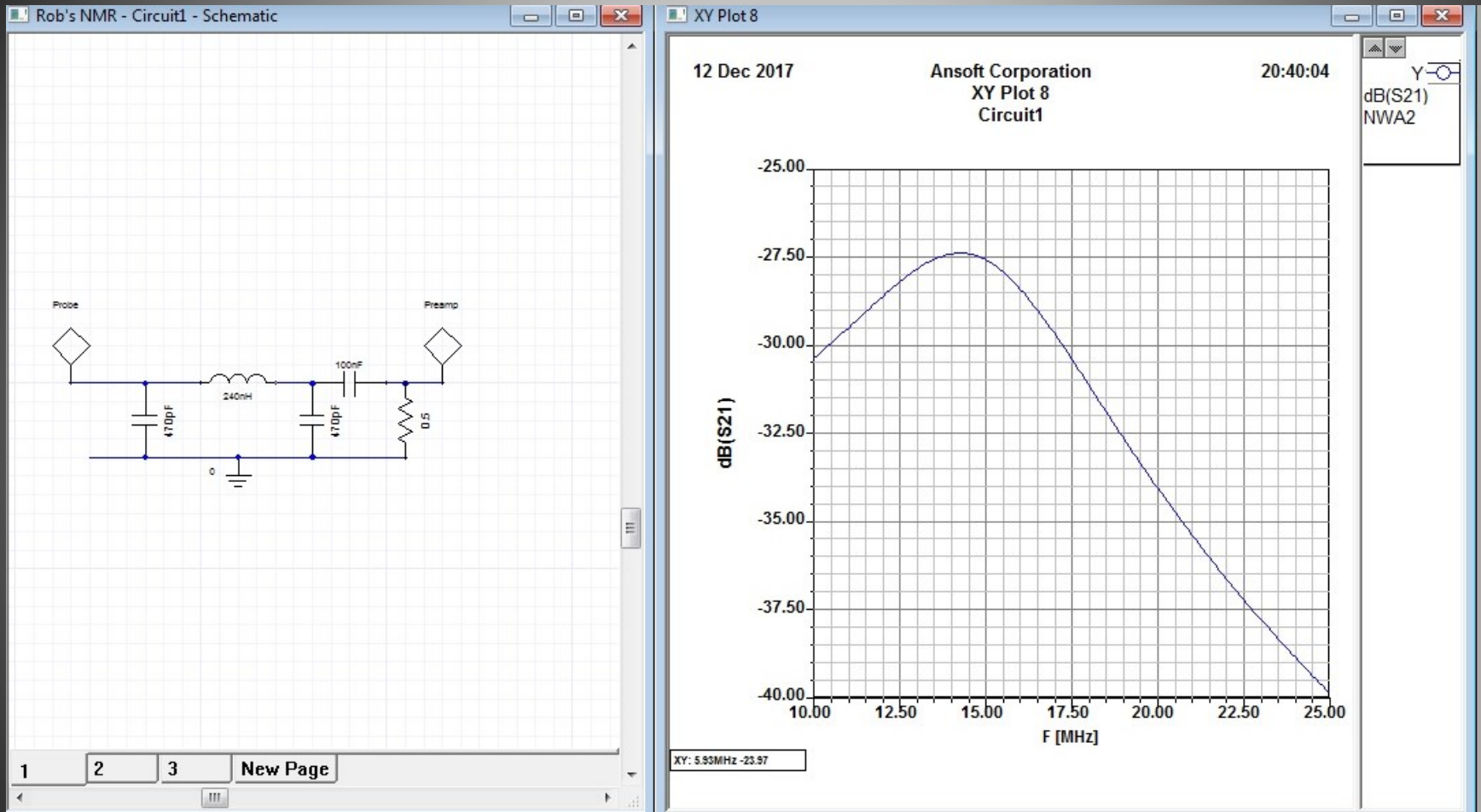
De T/R Switch disabled (simulatie)



T/R switch. Het π netwerk gedraagt zich als een $\frac{1}{4} \lambda$ bij 20 MHz.

NMR op de HF banden (of wel Robert's NMR detector, WIP)

De T/R Switch enabled, simulatie

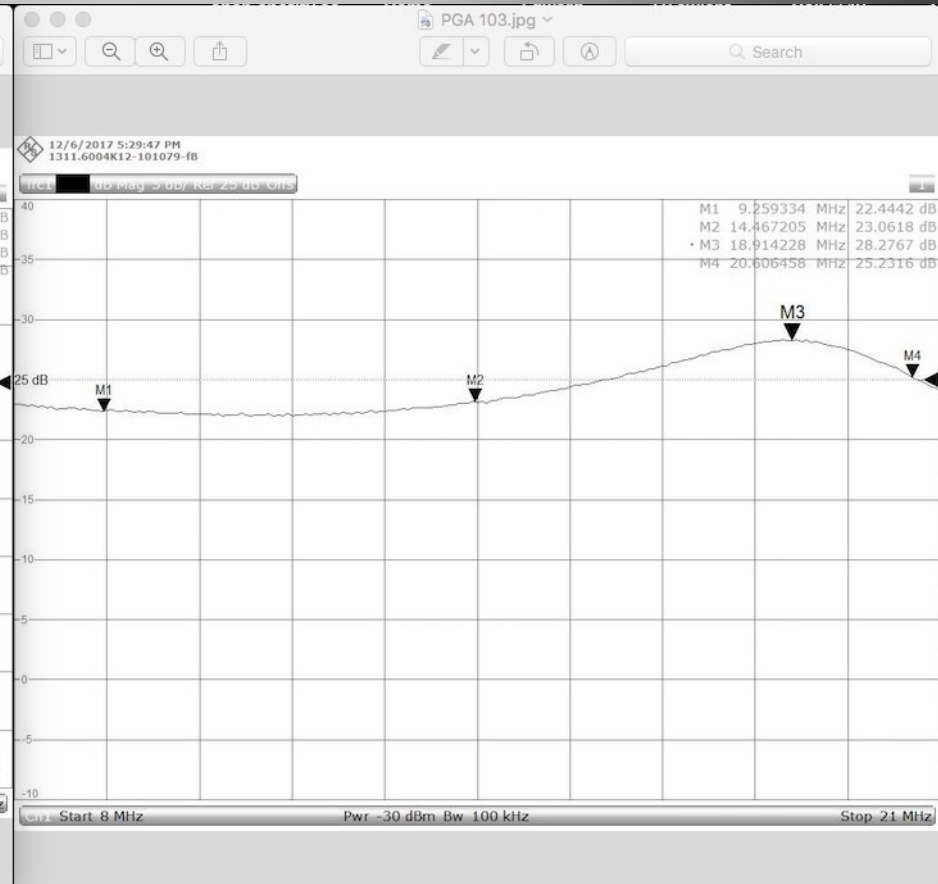
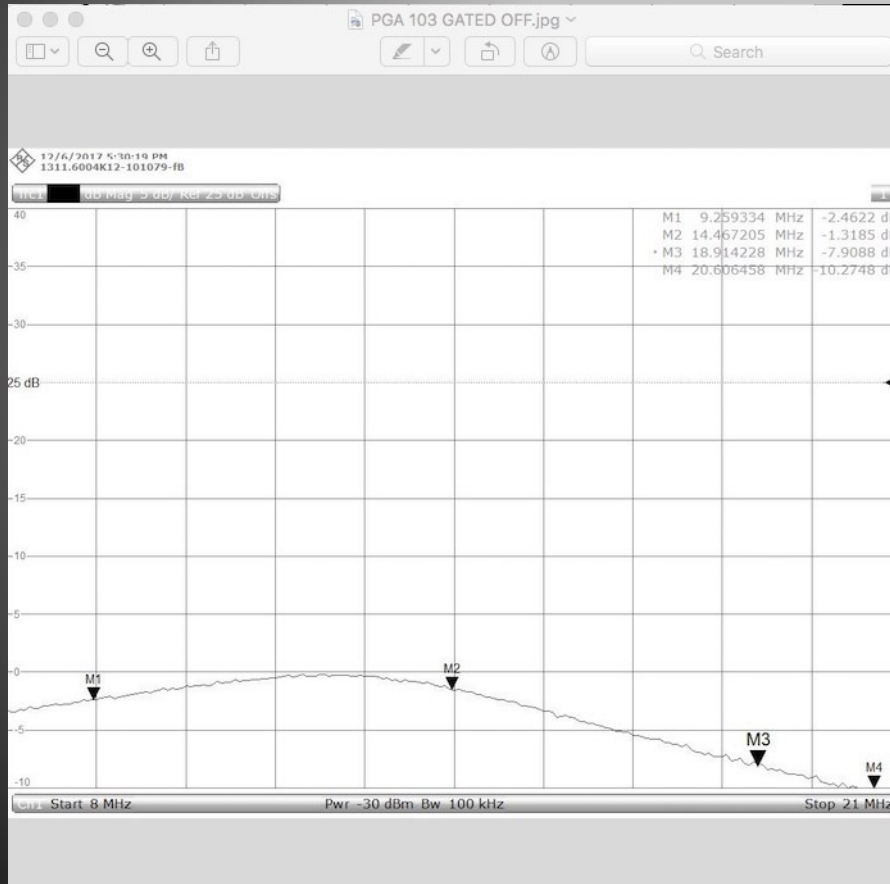


De 0.5Ω weerstand stelt de forward biased PIN diode voor.

NMR op de HF banden

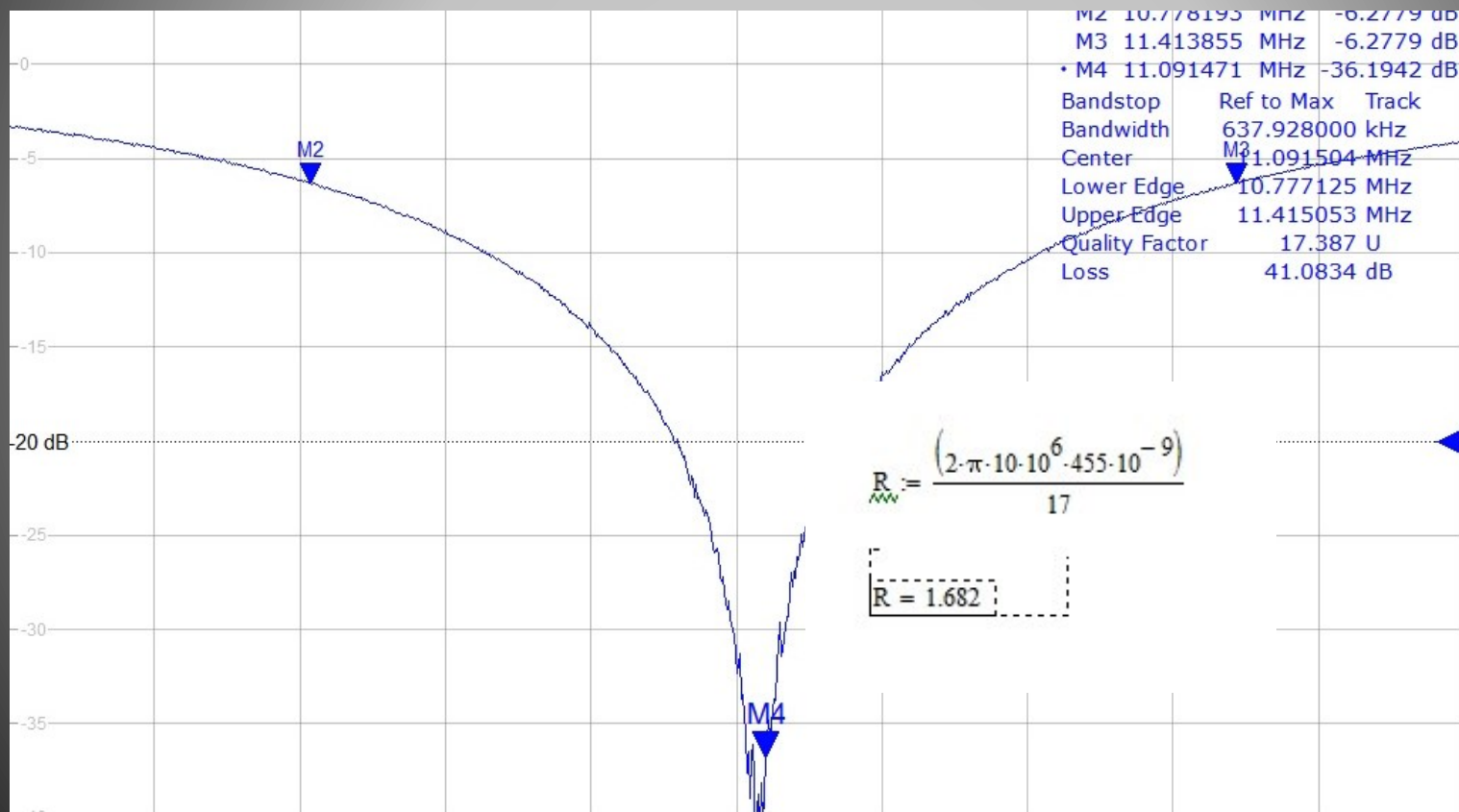
(of wel Robert's NMR detector,WIP)

T/R Switch in situ



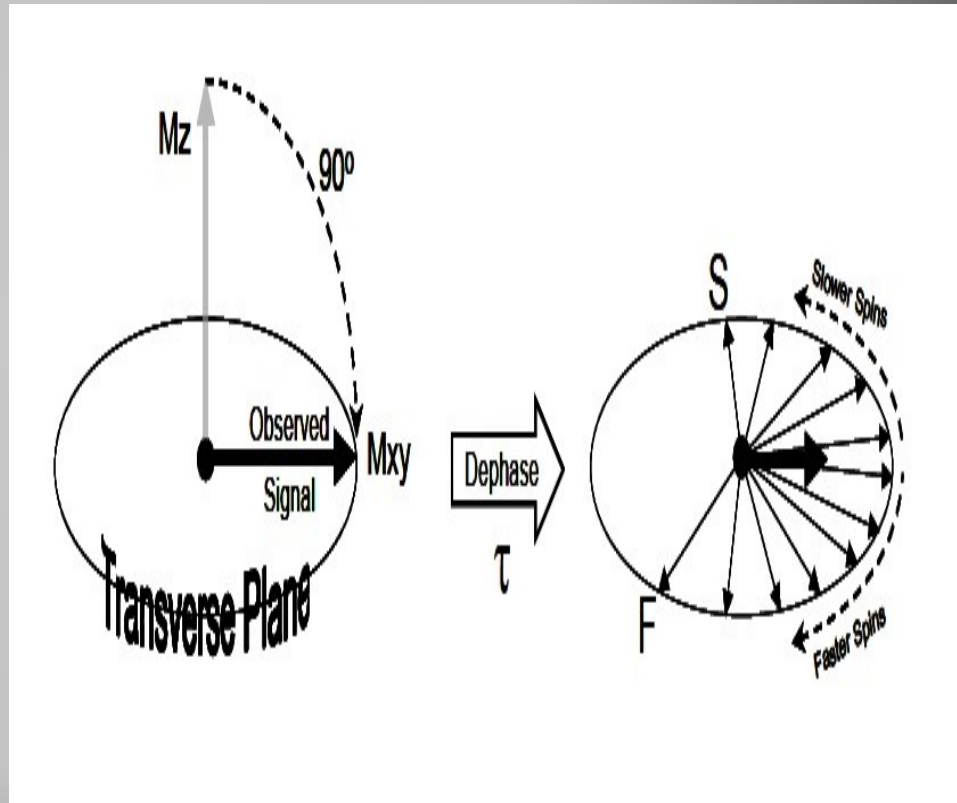
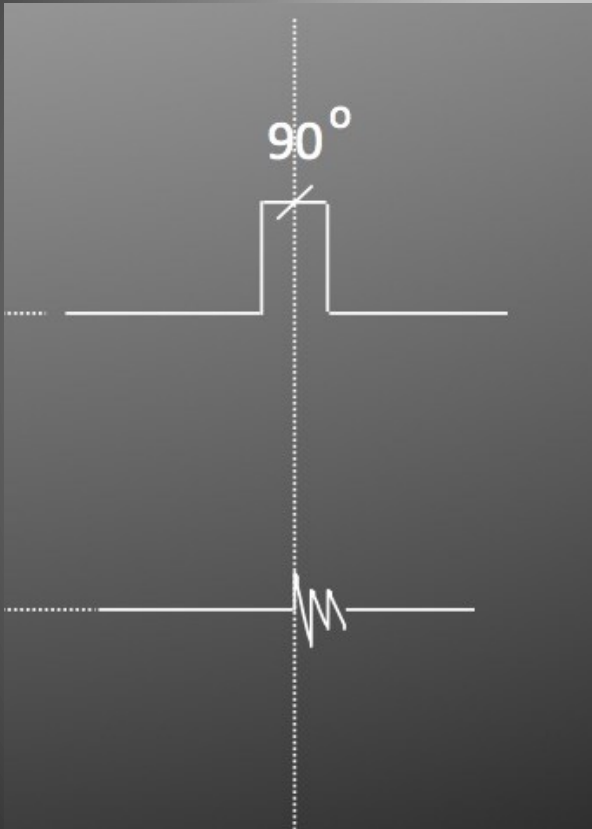
NMR op de HF banden (of wel Robert's NMR detector,WIP)

Ontvang/zend spoel (S11)



NMR op de HF banden

(of wel Robert's NMR detector, WIP)



Arduino code voor 90° pulse FID, RX gating en TR adjustment

```
Rob_s_NMR
// Sequence timer for Rob's NMR experiment
// Herman Flick; 13 DEC 2017 09:50

const int potMeter = 0;
int      val=0;
int      txPin  = 3;
int      rxPin  = 5;
int      ledPin = 7;

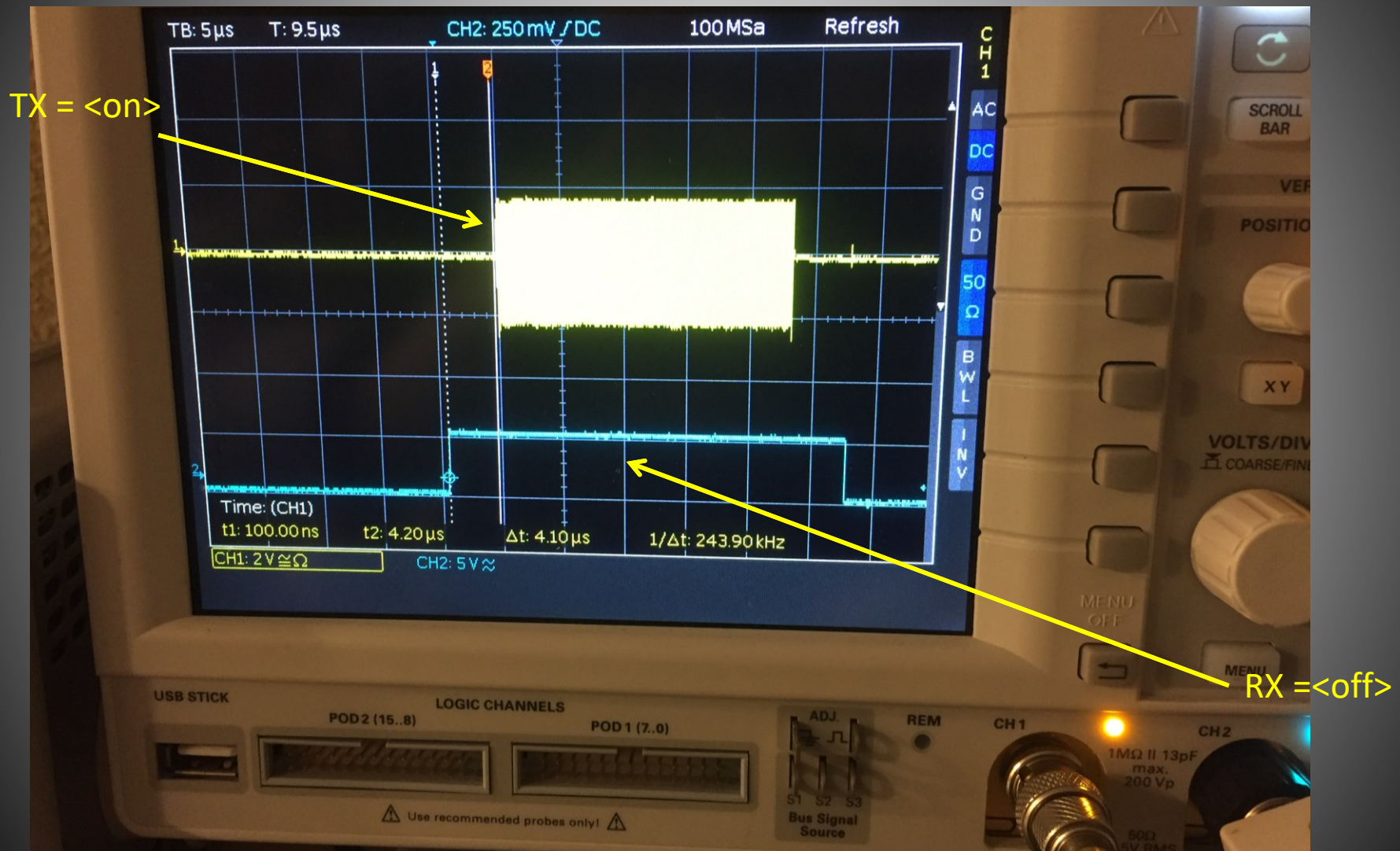
void setup()
{
  Serial.begin (9600);
  pinMode      (txPin, OUTPUT);
  pinMode      (rxPin, OUTPUT);
  pinMode      (ledPin, OUTPUT);
  digitalWrite (txPin, LOW);
  digitalWrite (rxPin, LOW);
}

void loop()
{
  digitalWrite (ledPin, HIGH); // pulse sequence starts
  digitalWrite (rxPin, HIGH); // disable receiver
  delayMicroseconds (1);      // settle time rx off
  digitalWrite (txPin, HIGH); // turn on tx
  delayMicroseconds (20);      // transmitter on time
  digitalWrite (txPin, LOW);   // turn off tx
  delayMicroseconds (1);       // settle time tx off
  digitalWrite (rxPin, LOW);   // receiver on
  delay(20);                   // LED visible 20 msec
  digitalWrite (ledPin, LOW);  // pulse sequence done
  val=analogRead (potMeter);
  Serial.print ("TR TIME = "); // display TR time on monitor
  Serial.println (val);
  delay (val);                 // TR time in ms
}
```

Done Saving.

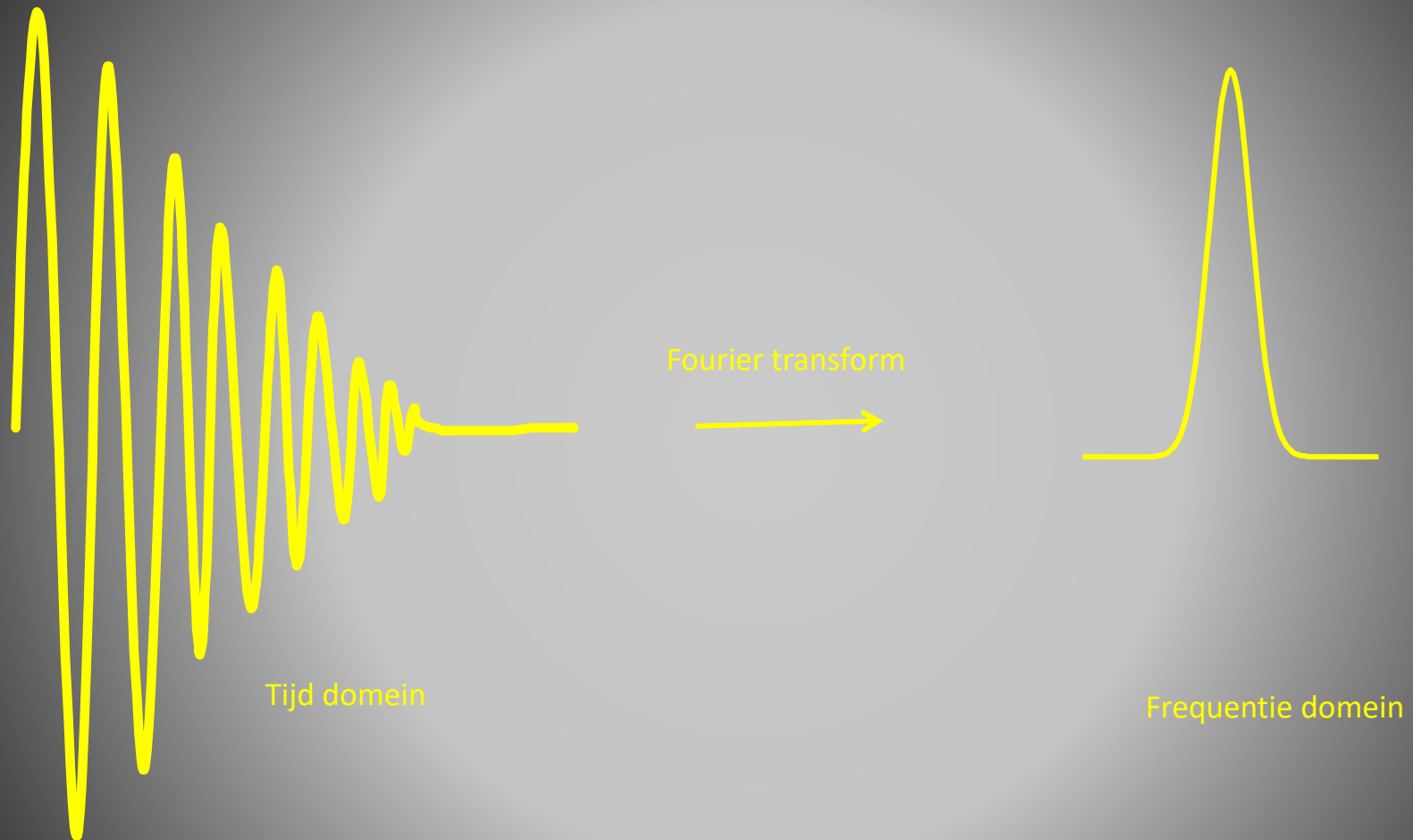
NMR op de HF banden

(of wel Robert's NMR detector, WIP)

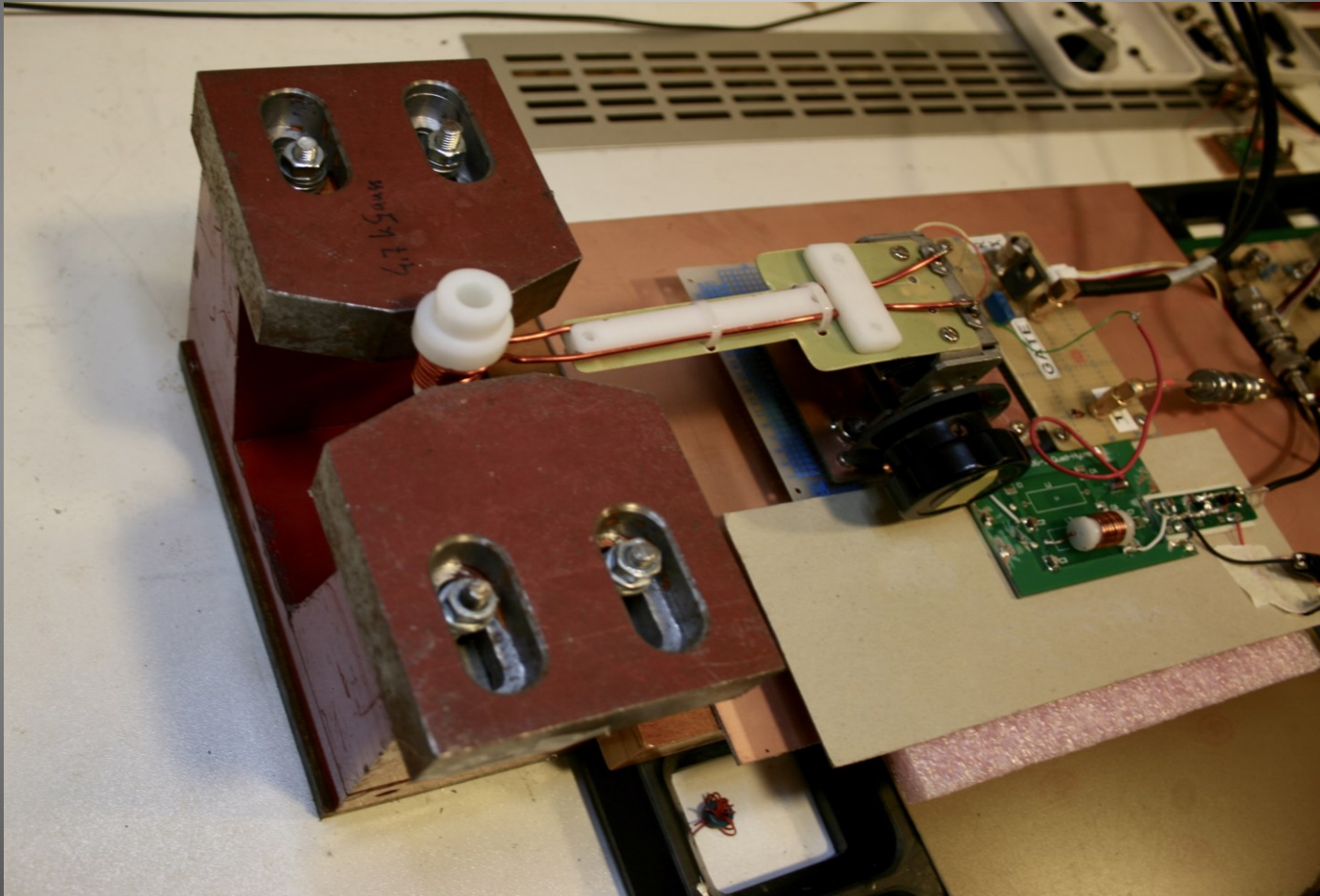


NMR op de HF banden

(of wel Robert 's NMR detector, WIP)



NMR op de HF banden W.I.P.

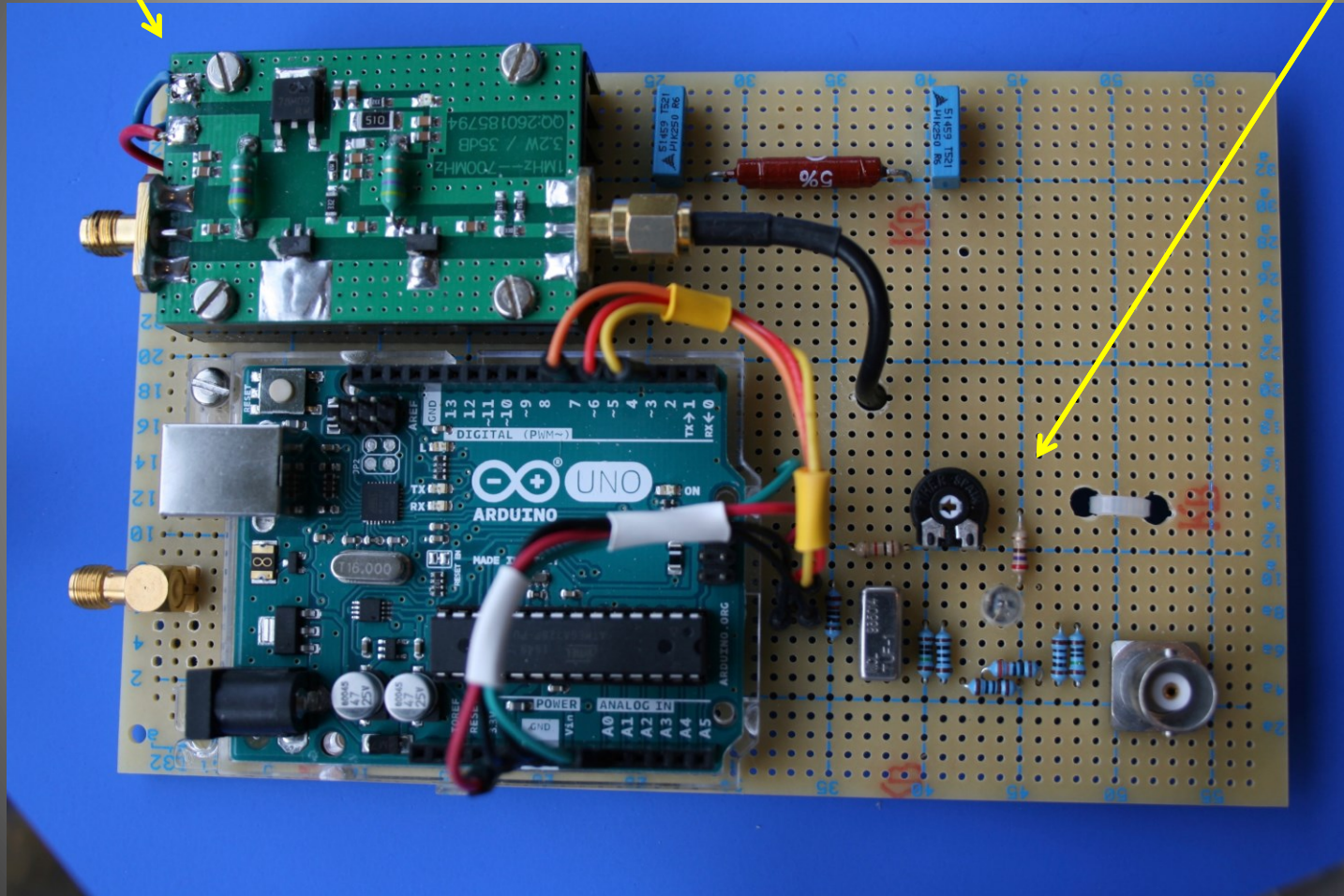


NMR op de HF banden

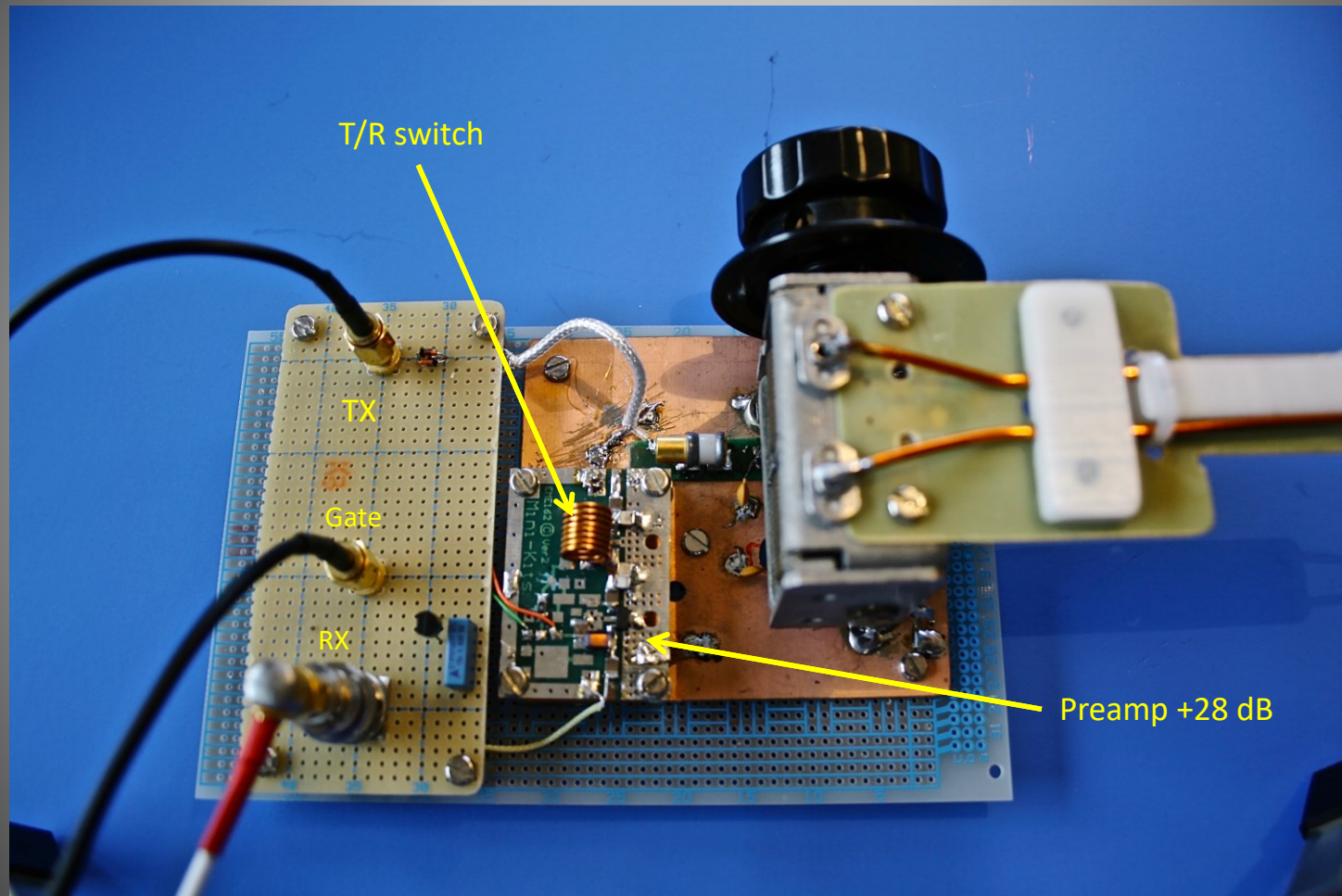
W.I.P.

intermediate power amp

Mixer en TR control



NMR op de HF banden W.I.P.

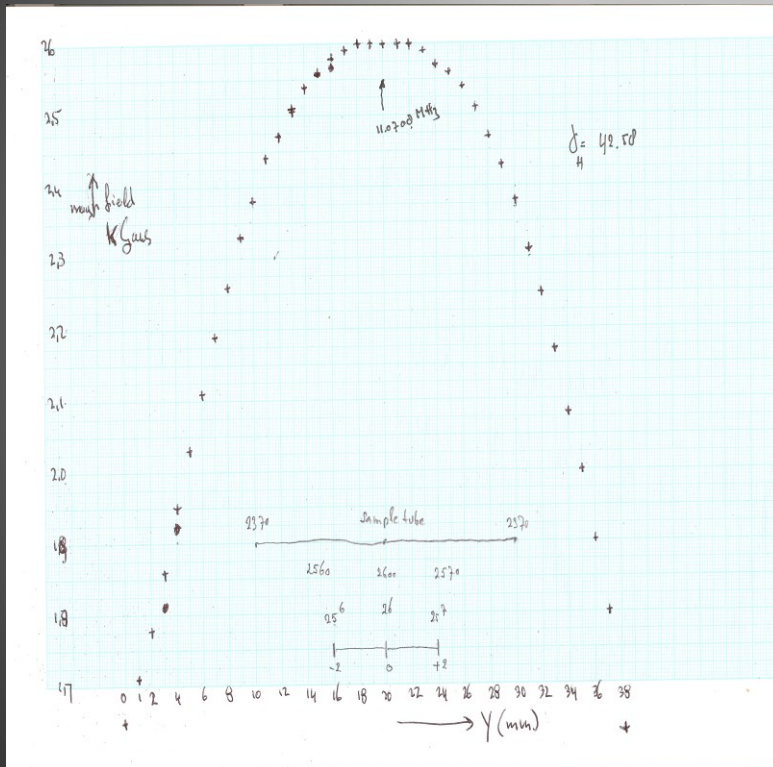


NMR op de HF banden W.I.P.

The NMR Tx/RX coil



B₀ plot magneet



$$\gamma = 42.5 \times 10^6 \left(\frac{\text{Hz}}{\text{T}} \right)$$

$$B_1 := 2360 \text{ gauss} = 0.236 \text{ T}$$

$$B_2 := 2600 \text{ gauss} = 0.26 \text{ T}$$

$$B_3 := 2370 \text{ gauss} = 0.237 \text{ T}$$

$$\omega_1 := B_1 \cdot \gamma = 1.003 \times 10^7 \text{ Hz}$$

$$\omega_2 := B_2 \cdot \gamma = 1.105 \times 10^7 \frac{1}{\text{s}}$$

$$\omega_3 := B_3 \cdot \gamma = 1.007 \times 10^7 \frac{1}{\text{s}}$$

$$\text{Inhomogeneity} := \frac{(2600 - 1007)}{1105}$$

$$\text{Inhomogeneity}_B := \left[\frac{(2600 - 1007)}{1105} \right] \text{ gauss} = 1.442 \times 10^{-4} \text{ T}$$

$$\text{Inhomogeneity}_\omega := \text{Inhomogeneity}_B \cdot \gamma = 6.127 \times 10^3 \text{ Hz}$$

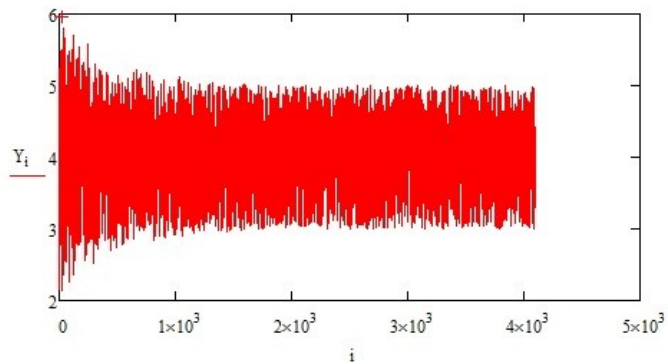


NMR op de HF banden (ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

Single resonance +noise
Rob's NMR

$i := 0..4095$

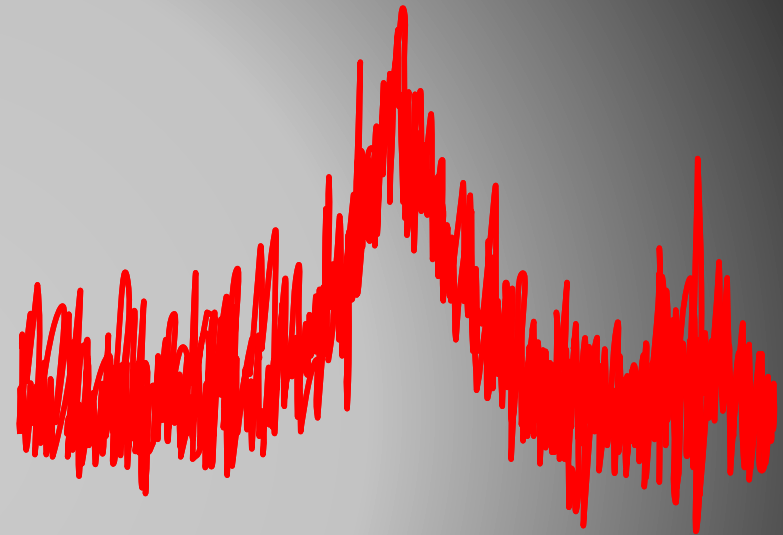
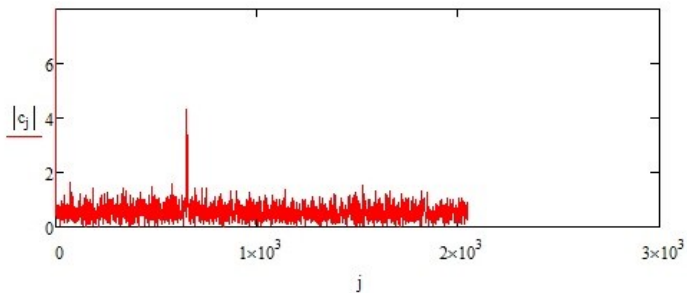
$$Y_i := \left[\left(\sin(i) \cdot e^{-0.002 \cdot i} \right) + 3 + \text{rnd}(0.2) \right]$$



$\hat{c}_j := \text{fft}(Y)$

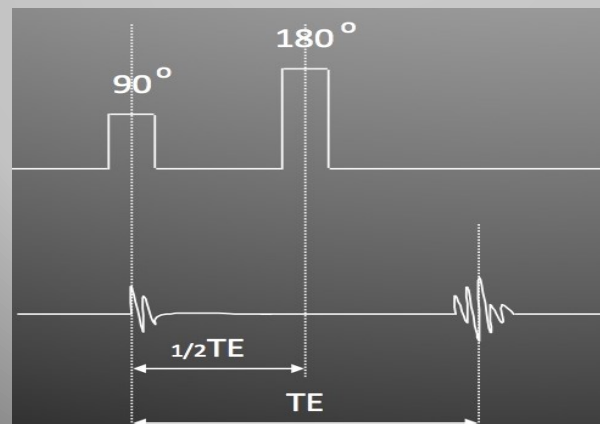
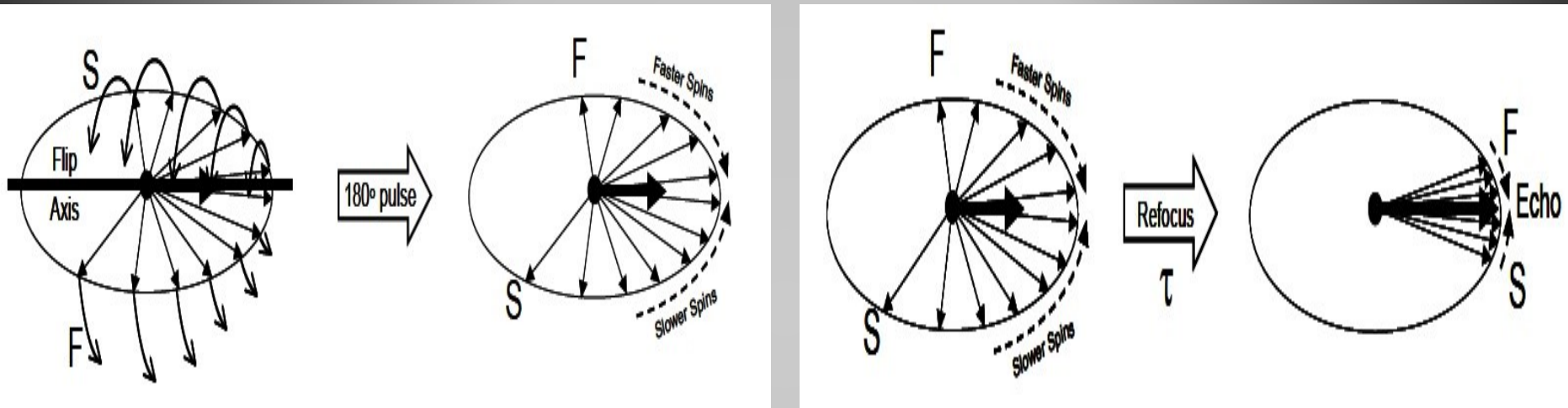
$N = 2.048 \times 10^3$

$j := 0..N$



Het signaal dat we verwachten

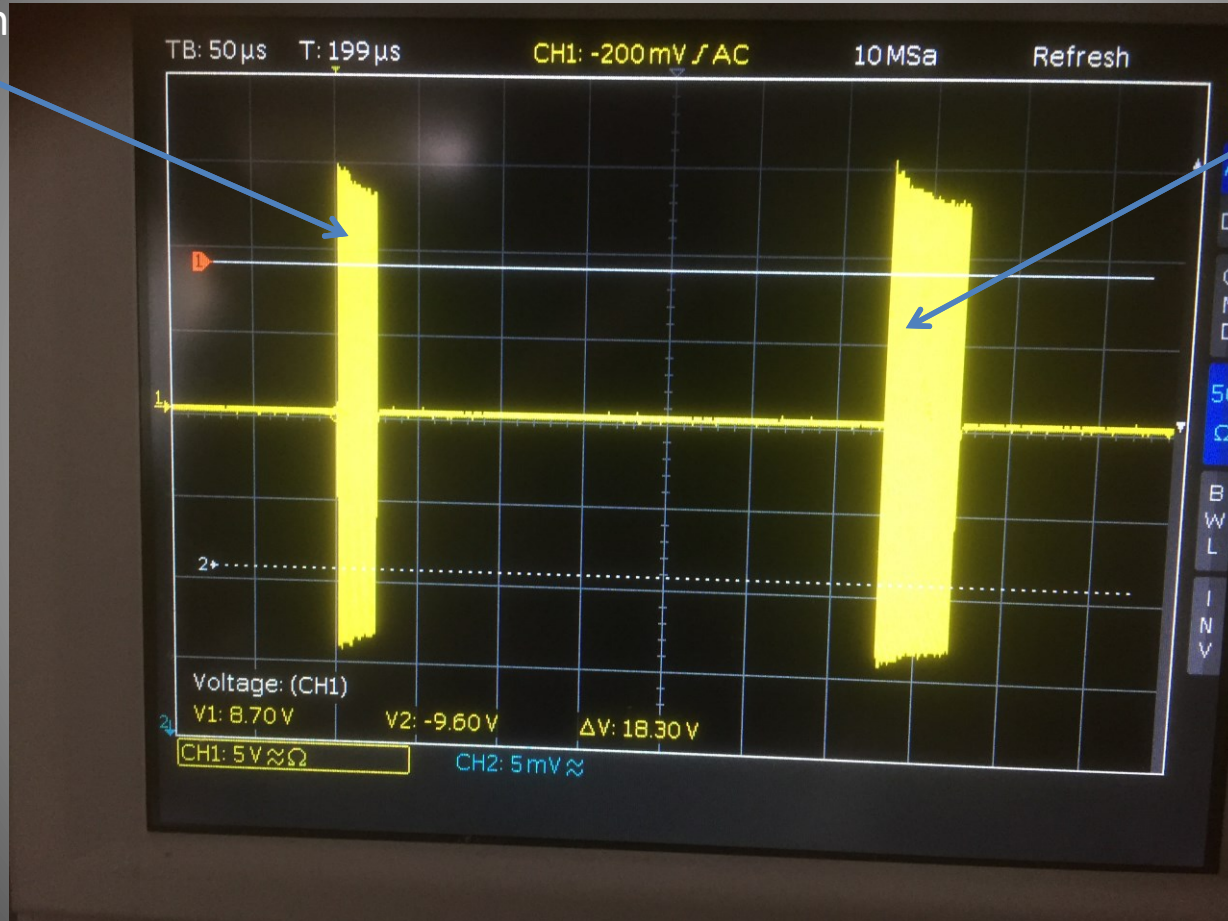
NMR op de HF banden (ofwel Robert 's NMR detector, WIP)



NMR op de HF banden

(of wel Robert 's NMR detector,WIP)

90° Excitation pulse



180° refocussing pulse

Spin echo RF pulse sequence

NMR op de HF banden (of wel Robert 's NMR detector, WIP)

Aanvankelijk waren we in de veronderstelling dat de magneet een sterkte had van 4.7 kGauss.

$H_{1 \text{ resonance}}$ is daarbij ± 20 MHz.

Na metingen met een Hall plaatje en , onafhankelijk daarvan met een magneet standaard blijkt het veld ongeveer 2.5 kGauss te zijn.

Gezien de nauwkeurigheid van de B_0 metingen verwachten we B_1 veld

$$9.36 < H_{\text{fres}} < 12.5 \text{ MHz.}$$

NMR op de HF banden (ofwel Robert 's NMR detector, WIP)

De resonantielijns van water ($\pm 2\text{Hz}$) zou in het meest gunstige geval 6 kHz breed zijn. Dat is zonder MSA techniek niet waarneembaar gezien de ruis.

We zien om naar een andere magneet.

Allereerste eis: de homogeniteit moet beter zijn dan 50 ppm.

Het oppervlak van de poolschoenen moet dan zo groot mogelijk zijn.

Omdat dat tot verlies van B_0 kiezen we voor Neodymium magneet .

We bouwen een Gaussmeter om het veld zo nauwkeurig mogelijk te plotten.

Gausmeter for Roberts NMR project

```
Gaussmeter_4_Rob | Arduino 1.6.12

Gaussmeter_4_Rob.s
#define lcd_light_pin A4

LiquidCrystal lcd (8,9,4,5,6,7);
float Gauss ;
float Offset=3; // Offset voor nulinstelling
float value ;
int Reading ;

void setup()
{
  Serial.begin (9600);
  lcd.begin(16,2);
}

void loop()
{
  Reading = analogRead (1);
  Serial.println();
  Gauss = (3*(Reading-512))+Offset;
  Serial.print ("Magnetic flux density = ");
  Serial.print (Gauss,0);
  Serial.print (" G.");
  Serial.println();
  Serial.println();
  Serial.println();
  pinMode(lcd_light_pin,OUTPUT);
  lcd.print("Bo = ");
  lcd.print (((Gauss/10),1);
  lcd.print (" mT.");
  lcd.setCursor(0,1);
  lcd.print("Fo = ");
  Serial.print(" Fo = ");
  lcd.print (((Gauss/10000)*42.577478),2);
  Serial.print(((Gauss/10000)*42.577478),3);
  lcd.print(" MHz.");
  Serial.print(" MHz.");
  Serial.println();
  Serial.println();
  digitalWrite(lcd_light_pin,LOW);
  delay(1500);
  lcd.clear();
  lcd.setCursor(0,0);
  delay(500);
}
```

```
/dev/cu.SLAB_USBtoUART

Magnetic Flux density = 1167 G.
Fo = 4.969 MHz.

Magnetic Flux density = 1170 G.
Fo = 4.982 MHz.

Magnetic Flux density = 1170 G.
Fo = 4.982 MHz.

Magnetic Flux density = 1170 G.
Fo = 4.982 MHz.

Magnetic Flux density = 1167 G.
Fo = 4.969 MHz.

Magnetic Flux density = 1170 G.
Fo = 4.982 MHz.

Magnetic Flux density = 1170 G.
Fo = 4.982 MHz.

Magnetic Flux density = 1167 G.
Fo = 4.969 MHz.

Magnetic Flux density = 1170 G.
Fo = 4.982 MHz.

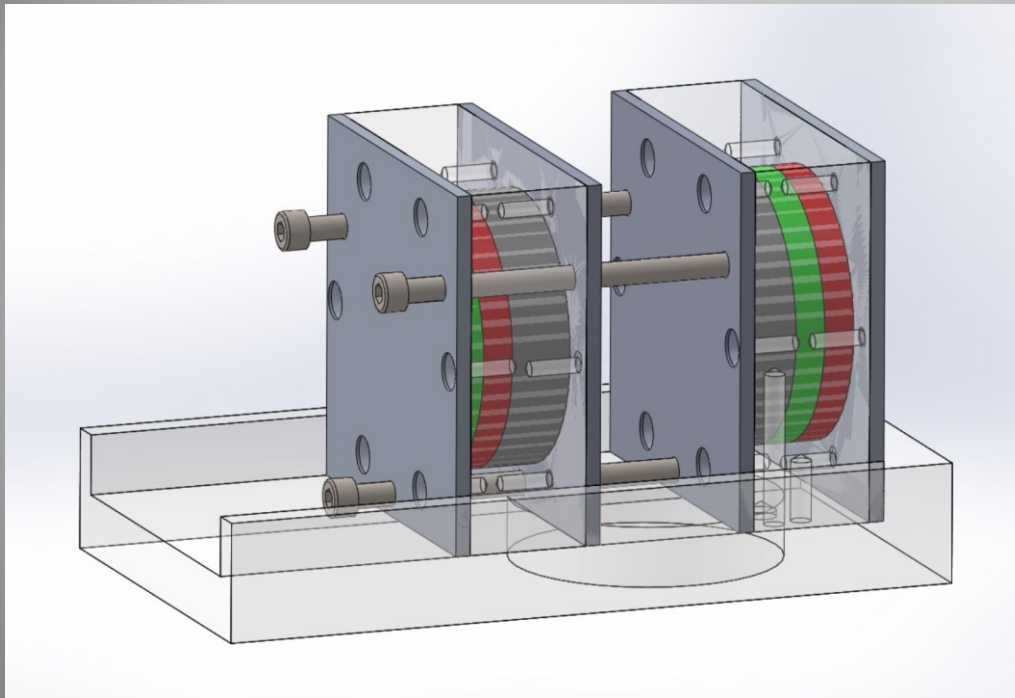
Magnetic Flux density = 1167 G.
Fo = 4.969 MHz.

Autoscroll Both NL & CR 9600 baud
```



NMR op de HF banden W.I.P.

Met hulp van Henk de Koning (PA0HKZ) wordt een magneethouder met een groter oppervlak en verstelbare poolschoen gebouwd



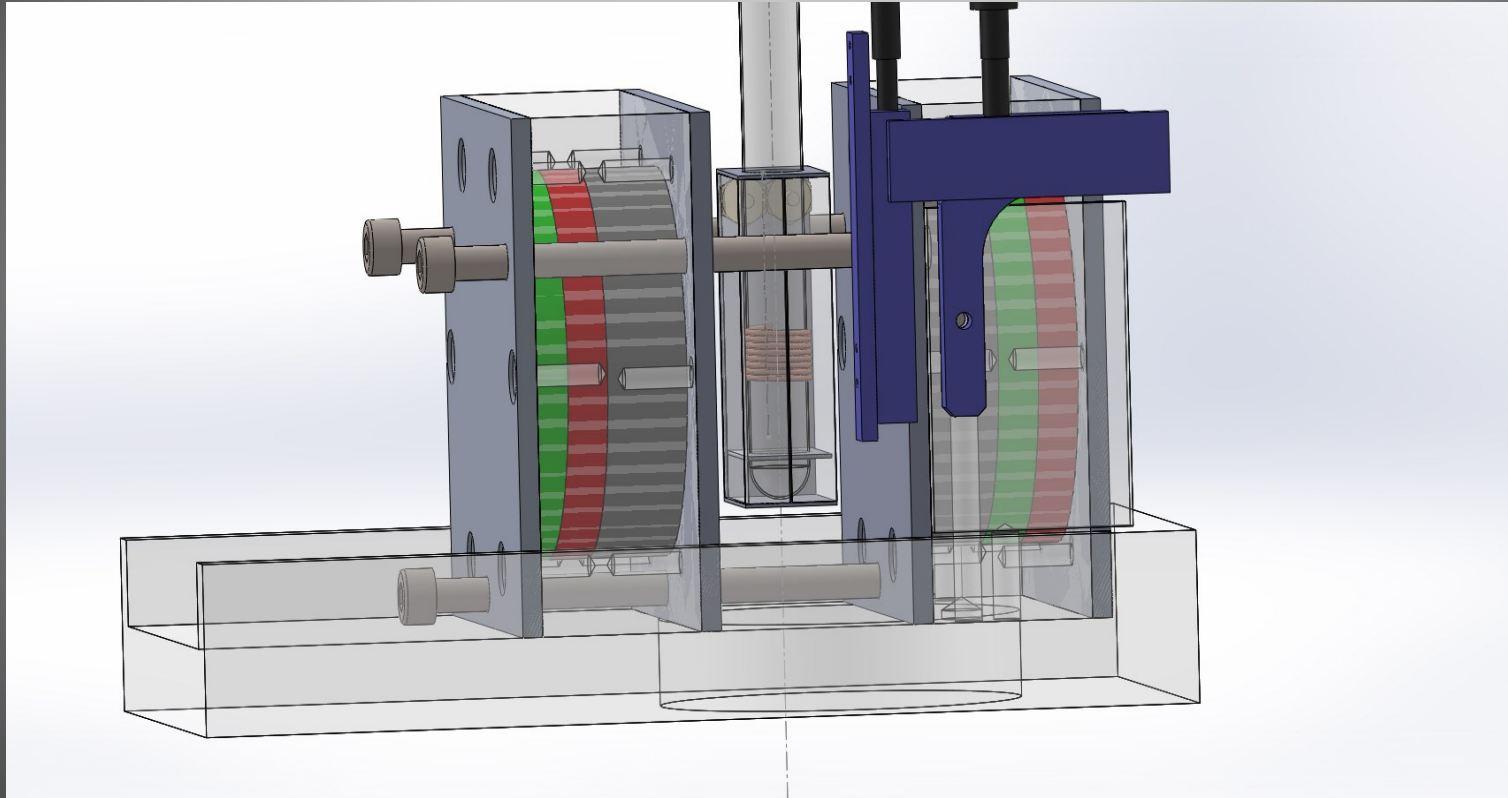
Rood = NP

Groen = ZP

Grijs = poolschoen

Neodymium magneet

Magneet en NMR spoel



NMR op de HF banden

W.I.P.

Waar staan we nu?

We hebben geen exact idee hoe sterk het magneet veld is. Vandaar de in aanbouw zijnde Gaussmeter

Het B_0 veld moet worden vastgesteld en geplot.

Het B_0 veld moet 'geshimmed' worden (homogeniteit).

De elektronica: TX, RX, en TR switch ombouwen naar de Larmor frequentie behorend bij de nieuwe magneet.

Een lijnbreedte van 20 Hz, 10 x breder dan de natuurlijke lijn breedte, vereist een B_0 homogeniteit van 1ppm.

We gebruiken momenteel een monster buisje met een volume van 1 mL.

Een geringer volume geeft weliswaar een beter homogeniteit maar een lagere SNR.

NMR op de HF banden

(of wel Robert 's NMR detector,WIP)

We houden jullie op de hoogte van onze vorderingen.

Bedankt voor jullie aandacht !