Resonancia magnética nuclear

Sergio Gutiérrez, Diana Lozano
(Dated: October 2017)

En este laboratorio se logró caracterizar la señal de RMN de varias muestras. Esta es la señal de resonancia que se encuentra cuando se realizan transiciones entre los niveles de energía de un núcleo atómico. Tales niveles corresponden a la orientación de los espines nucleares con respecto a un campo magnético externo. Adicionalmente, se determino la manera en que se pueden utilizar las propiedades de dicha señal en el estudio de las propiedades físicas y químicas de una muestra particular. Por ultimo, se determino el factor-g del Flúor y el Hidrógeno utilizando relaciones teóricas desarrolladas en el introducción de este informe. En el caso del Glicerina obtuvimos un valor de $g_H = 4,8966 \pm 0,0099$ y para el Politetrafluoretileno de $g_F = 4,6731 \pm 0,0089$, estos resultados no fueron satisfactorios debido a que se tuvieron dificultades al momento de medir el campo magnético.

INTRODUCCIÓN

La resonancia magnética nuclear (ó NMR por sus siglas en inglés) se fundamenta en las propiedades magnéticas de los núcleos atómicos, específicamente en los que tienen un numero impar de protones, para los cuales $I > 0$. Estos poseen un momento magnético dado por la relación

$$\mu = -g\mu_n I \tag{1}$$

donde g es el factor-g, I el el spin del núcleo y $\mu_n = 5.051 * 10^{-27} J/T$ es el magnetón nuclear. Este momento magnético sólo puede orientarse en un numero determinado de direcciones en presencia de un campo magnético uniforme B_0. Cada orientación corresponde a una energía particular dada por la relación:

$$E_k = -g\mu_n B_0 k \tag{2}$$

donde k=-I,-I+1,....,I. Al exponer al sistema anterior a un segundo campo magnético B_1 de frecuencia ν, perpendicular al primero, los espines se pueden excitar al siguiente nivel de energía si se cumple la condición de resonancia:

$$h\nu = E_{k+1} - E_k = -g\mu_n B_0 \tag{3}$$

donde $h = 6.626 * 10^{-34}$ es la constante de Planck. Para el caso de este experimento, se obtuvieron las señales de NMR de los núcleos de hidrógeno (en el poliestireno, el agua y en la glicerina) y del flúor (en el teflón), ambos con spin de 1/2, y por lo tanto, con sólo dos orientaciones posibles con respecto a B_0. Para detectar las transiciones entre los niveles de energía adyacentes, la muestra se coloca en medio de un inductor rf, el cual, a su vez, esta ubicado en medio del campo uniforme B_0. Cada vez que se cumple la condición de resonancia, se absorbe energía del inductor y esto genera un señal en el osciloscopio. De esta forma, en el valor de frecuencia de resonancia, observaremos en el osciloscopio una señal característica.

De acuerdo a (3), el valor de la frecuencia ν de resonancia depende de la magnitud del campo externo B_0. Al modular B_0 se puede encontrar el valor del factor-g, utilizando la misma relación (3).

Por último, debido a la relación entre el campo externo y la frecuencia de resonancia, esta ultima dependerá a su vez del campo magnético generado por los núcleos atómicos cercanos. Una aplicación importante de la RMN es la determinación estructural de una muestra, ya que teniendo en cuenta lo anterior, el corrimiento de la frecuencia y el ancho de la curva nos da información de los grupos funcionales presentes.

I. MONTAJE EXPERIMENTAL Y PROCEDIMIENTO

El montaje experimental requería dos campos magnéticos, uno uniforme y otro oscilatorio, los cuales fueron generados por un sistema de dos inductores conectados a un imán. En medio del imán se encontraba la cámara de medición. En esta se ubicaba la muestra a la cual se le quería obtener la señal RNM, en contacto con el inductor rf. Se contaba adicionalmente con dos unidades de alimentación. Una de ellas permitía convertir la señal que salía de la cámara de medición a una señal en el osciloscopio, y variar la frecuencia y la escala de magnitud de los campos; la otra permitía cambiar la magnitud de los campos al variar la corriente que pasaba por los inductores. Adicionalmente, se contaba con un teslámetro que permitía medir la intensidad del campo magnético B_0 en la cámara de medición. Para acoplar el montaje experimental, se tuvo en cuenta el diagrama de los circuitos eléctricos que enseña como conectar correctamente todos los elementos del montaje. El diagrama utilizado se presenta en la figura 1.

El experimento constaba de 2 partes:

A. Caracterización de la señal de RMN de líquidos y sólidos con protones

En este montaje se hallaron las señales de RMN de resonancia del poliestireno, el agua, la piña, el politetraflu-

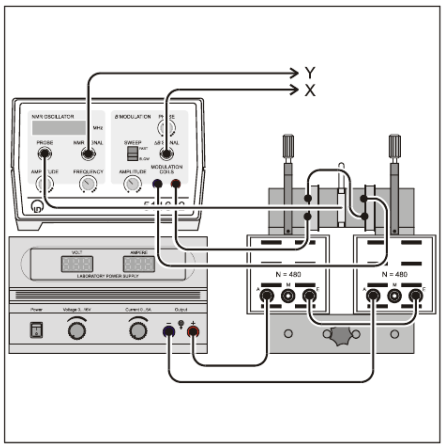


Figure 1. Imagen del montaje experimental

oretileno, lacrema dental, el jabón liquido y la glicerina. Para ello, se siguió el siguiente procedimiento, el cual fue utilizado, en general, en todos los montajes del experimento para optimizar y hallar las señales de RMN:

- Se ajustó el osciloscopio en el modo x-y, se seleccionó barrido rápido (pues las frecuencias de resonancia son muy altas) y se seleccionó una amplitud de modulación alta (tal que B_0 fuese bastante grande)
- Se seleccionó la máxima frecuencia posible para el campo oscilatorio y lentamente se cambió la amplitud del mismo, de manera que el LED en la unidad complementaria del montaje RMN se encendiese y marcara una frecuencia de alrededor de 19MHz. Posteriormente, se disminuyó la frecuencia a un valor de 18.5MHz aproximadamente.
- Se depositó la muestra correspondiente en la cámara de medición, cuidando que esta quedara en el centro de la cámara.
- Se aumentó la corriente en la fuente de alimentación hasta su máximo valor, el voltaje hasta un valor alto, y después se redujeron estos valores lentamente hasta encontrar la señal de resonancia.
- Se optimizó la señal al variar nuevamente la amplitud del campo oscilatorio. Luego se ubicó la señal en el centro de la pantalla del osciloscopio variando la frecuencia y posteriormente la amplitud del campo uniforme.
- Finalmente, se ajustó la fase de la señal hasta que los dos barridos coincidieran.

B. Determinación del factor-g

En este montaje, se halló el factor-g de la glicerina y del politetrafluoretileno, a partir de la relación entre la magnitud del campo B_0 y la frecuencia a la cual se encontraba la señal de resonancia (centrada en la pantalla del osciloscopio). Para ello, se encontró inicialmente la señal de resonancia de la muestra, de acuerdo al montaje A; luego se anotó la frecuencia y se midió el campo magnético con ayuda de un teslámetro. Se repitió el proceso varias veces, al cambiar el valor de B_0 con ayuda de la fuente de alimentación y hallando nuevamente la señal de resonancia. Se realizo un promedio del valor de g obtenido de la relación entre B_0 y ν para cada dato, de acuerdo a la ecuación (3). Así se calculó g para el hidrógeno (con la muestra de glicerina) y la del teflón (con la del politetrafluoretileno)

II. RESULTADOS, INTERPRETACIÓN Y DISCUSIÓN

A. Caracterización de la señal de RMN de líquidos y sólidos con protones:

La diferencia entre las señales se encuentra, en gran parte, en el ancho de las mismas, el cual es mayor para sólidos que para líquidos. Posiblemente esto ocurra porque existe una mayor contribución debida a los campos de los demás elementos en la muestra de los solidos, ya que los componentes se encuentran más próximos entre sí (Se nota en las fotos que el ancho de las muestras de politetrafluoretileno es mayor que el de las muestras de agua y glicerina). A continuación se presentan las señales encontradas:

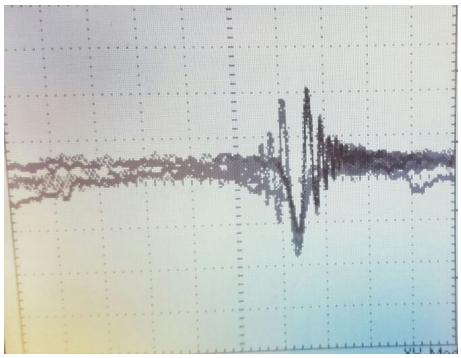


Figure 2. Señal de RMN para Glicerina. I=3.41 A, V=8.7V, f=18.2377 MHz

B. Aplicación en química, biología y medicina

Las señales de RMN de los tres elementos se parecen, pero con un corrimiento en la frecuencia debido a la contribución de los campos magnéticos debidos a los otros elementos en la muestra. Las amplitudes de las señales también difieren debido a que en algunas muestras la cantidad de espines es menor que en otras (esto se debe tanto

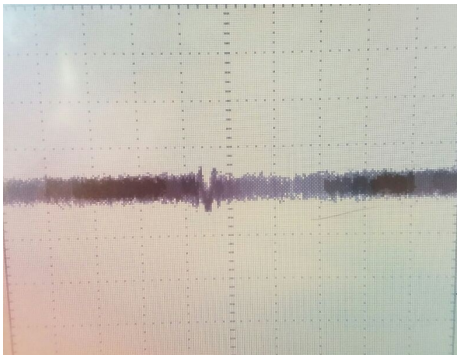


Figure 3. Señal de RMN para el Jabón de Mano. I=3.43 A, V=8.4V, f=18.3910 MHz

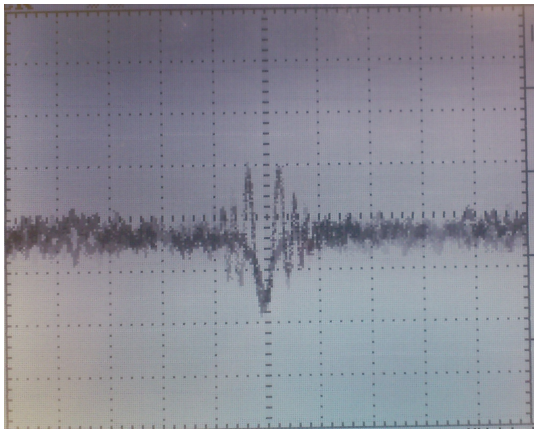


Figure 4. Señal de RMN para Pasta Dental. I=3.16 A, V=7.5V, f=18.3101MHz

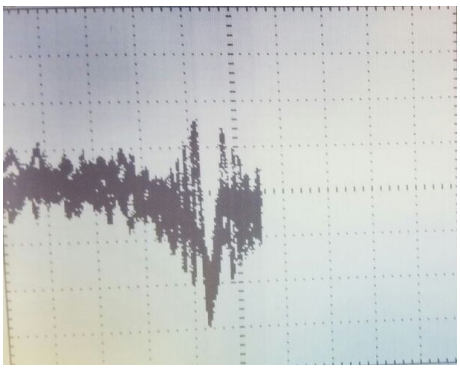


Figure 5. Señal de RMN para Politetrafluoretileno. I=3.42 A, V=8.3V, f=18.3891MHz

a la calidad de la muestra como a su composición). La señal del jabón líquido tiene un corrimiento, lo cual indica una composición química mas cercana a la de la glicerina. Este método se puede utilizar entonces para hallar grupos funcionales en una muestra, utilizando el método del laboratorio, es decir, comprobando si se encuentra una señal de resonancia en la muestra a la frecuencia de resonancia de un grupo funcional característico, hallada con ante-

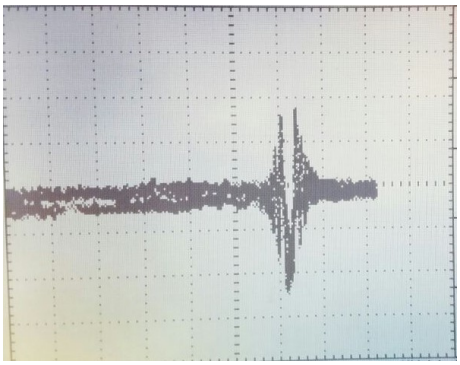


Figure 6. Señal de RMN para Agua de piña. I=3.44 A, V=8.4V, f=18.4400MHz

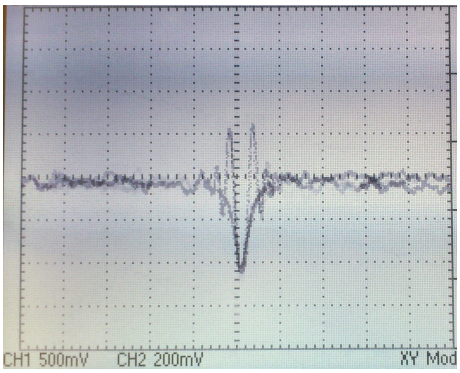


Figure 7. Señal de RMN para Agua. I=3.17 A, V=8.4V, f=18.3154 MHz

rioridad. Se noto la presencia de agua en las muestras biológicas (Agua de piña con un poco de piña sólida) debido a la cercanía de las señales de RMN con la del agua. Como en cada caso se retomo el método de optimización de las señales del primer montaje y finalmente en medicina, la resonancia nuclear magnética se puede utilizar entonces para obtener información sobre la estructura y la composición de estructuras biológicas, tales como el cuerpo humano. Esta información se puede procesar con ayuda de ordenadores para generar imágenes. Este método se conoce como IRM.

C. Determinación del factor-g

La relación entre el campo B_0 y la frecuencia de resonancia para las muestras de glicerina y politetrafluoretileno se presenta a continuación:

Obtuvimos una relación lineal entre la frecuencia y el campo magnético (véase fig.8-9). Sin embargo, el valor de la intersección con el eje de las frecuencias resulto demasiado alta (en ambos casos), por lo que la relación lineal no fue consistente con lo esperado.

Para obtener el valor de g, promediamos los valores de g obtenidos para cada dato de acuerdo a la ecuación (3).

Los valores que se encontraron fueron:

1) $g_H = 4,8966 \pm 0,0099$
La discrepancia con el valor de la literatura: $g_H = 5.5857$ fue de 0.6881, que es del orden de magnitud del error experimental, por lo cual el resultado no fue satisfactorio.
2)$g_F = 4,6731 \pm 0,0089$
La discrepancia con el valor de la literatura : $g_F = 5.2567$ fue de 0.5836, dos ordenes de magnitud mayor que el error experimental, por lo cual el resultado no fue satisfactorio.

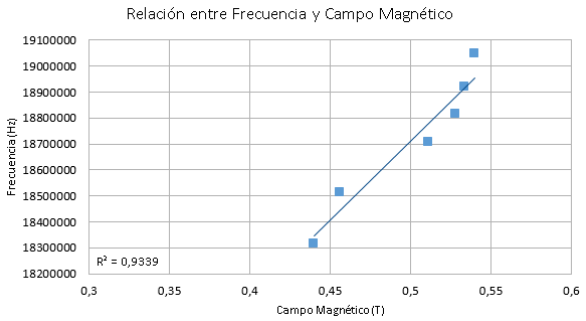


Figure 8. Relación entre la frecuencia y el campo magnético para la Glicerina

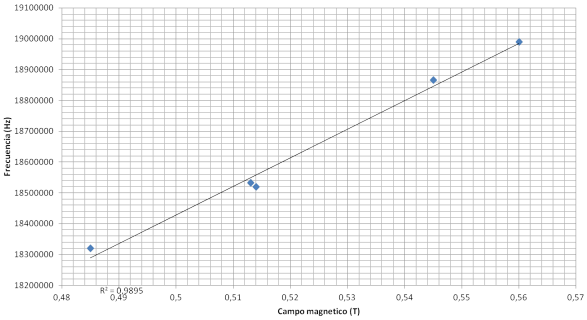


Figure 9. Relación entre la frecuencia y el campo magnético para el Politetrafluoretileno

Los errores en el calculo del factor-g resultaron de una dificultad que se presento al momento de medir el valor del campo magnético con ayuda de un teslámetro, pues los valores medidos oscilaban entre un rango muy grande para una misma medición (los valores en la pantalla del teslámetro no eran fijos) Concluimos que la manera en que se intento medir el campo magnético no era la correcta.

III. CONCLUSIONES

- El método de RMN se puede utilizar para determinar diferentes átomos en una muestra particular, utilizando el método del tercer montaje, así como para caracterizar la contribución al campo magnético debida a los elementos cercanos a dichos átomos analizando el corrimiento de la señal en la muestra con respecto a la señal del átomo puro, esto pude proveer información sobre diferentes grupos funcionales en la muestra.

- También se dedujo que la intensidad de la muestra de glicerina era de las más fuertes y la más fácil de ajustar, entonces la intensidad depende de la cantidad de núcleos en la muestra.

- Analizando el ancho de resonancia de la señal de RMN se puede obtener información adicional de las propiedades químicas y físicas de una muestra.

- La resonancia nuclear magnética se puede utilizar para obtener información sobre la estructura y la composición de estructuras biológicas, tales como el cuerpo humano. Esta información se puede procesar con ayuda de ordenadores para generar imágenes.

- La señal de NMR se puede utilizar para hallar el factor-g de un átomo particular. En este caso, sin embargo, no fue posible lograr un resultado aceptable debido a la dificultad que se genero al momento de medir el campo magnético B_0, sobre todo para el caso del politetrafluoretileno.

- Se concluyó finalmente que los campos magnéticos tanto de la tierra, los celulares o computadores que teníamos cerca, nos afectaron las medidas, pero el medir en dos días diferentes si lo hizo. Deducimos que se debe a que el montaje es sensible a la temperatura y la humedad.

IV. REFERENCIAS

- Atomic and Nuclear Physics. LD Physics Leaflets. P6.5.3.1. Guia de laboratorio.

- Leybold. Nuclear magnetic resonance in water, polystyrene, glycerine and teflon (nmrspectroscopy). *https* : *//www.ld* − *didactic.de/documents/en* − *US/EXP/C/C3/C*3431$_e$*.pdf*?$_g$*a* = 2.62535020.1519440036.1501008249 − 1209257865.1494184904.