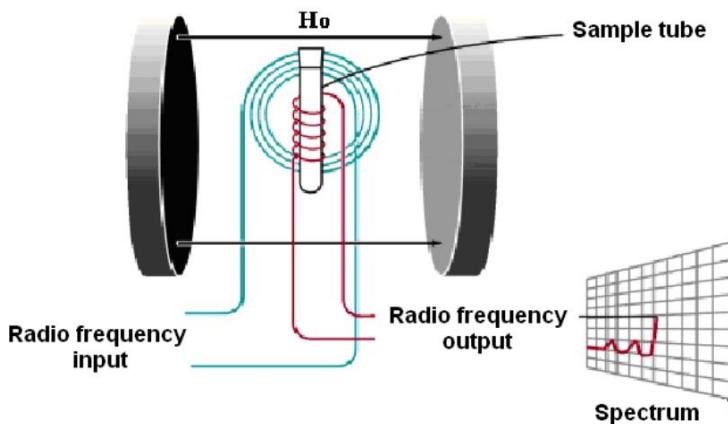


مطياف الرنين النووي المغناطيسي



شكل(6-4): رسم تخطيطي لمطياف الرنين النووي المغناطيسي

(1) المغناطيس Magnet

يستخدم المغناطيس لفصل مستويات الطاقة المغناطيسية للأنوبيات المختلفة ، ويمكن استخدام مغناطيس دائم permanent magnet أو مغناطيس كهربائي electromagnet ، وتوضع العينة في الجهاز بين قطبي المغناطيس الذي يشترط فيه أن يعطى مجالاً مغناطيسياً متجانساً Homogeneous field وأن يكون ثابتاً بدرجة مناسبة.

(2) وحدة تغيير شدة المجال Magnetic Field Sweep Generator

يتم تغيير شدة المجال المغناطيسي بواسطة ملف coil في مواجهة قطبي المغناطيس وهذا الملف متصل بمولد كهربائي متغير sweep generator فعند تغيير شدة التيار الكهربائي المستمر DC في الملف يتغير شدة المجال المغناطيسي في منطقة العينة في حدود طفيفة وهذا التغيير يكون في حدود 1000 هرتز في مطياف الرنين النووي المغناطيسي الذي يستخدم أشعة ترددتها 60 MHz والذى يسمى 60 MHz NMR

(3) مصدر إنتاج موجات أشعة الراديو Radiofrequency Transmitter

مطياف الرنين النووي المغناطيسي

تنج أشعة الراديو من مذبذب أشعة الراديو **radiofrequency oscillator** حيث تغذى في سلك مزدوج coil ملفوف حول العينة والذى يسمى ملف الأرسال **transmitter coil** ويكون محوره عمودياً على اتجاه المجال المغناطيسي. ويتم اختبار وحدة إنتاج أشعة الراديو على حسب تردد الأشعة المطلوب والتي تتوقف وبالتالي على شدة المجال المغناطيسي المستخدم في الجهاز ، على سبيل المثال في حالة استخدام مغناطيسي 14 كيلو جاوس يكون تردد الأشعة المطلوب 60 MHz

(4) وحدة وضع العينة Sample Holder and Probe

تستخدم أنابيب من الزجاج قطرها الداخلي 5mm لوضع العينات وهذه الأنابوة تكون متصلة بتررين **turbine** يدار بالهواء ، يمكن بواسطته دوران الأنابوة حول محورها الرأسى عدة مئات من الدورات فى الدقيقة $x \text{ cycle / min}$ وهذا الدوران يقلل من التأثير الناتج عن عدم التجانس في المجال المغناطيسي الخارجى.

(5) وحدة الكشاف Radiofrequency Receiver or Detector

يمكن الكشف عن إمتصاص أشعة الراديو بواسطة ملف آخر من السلك يحيط بالعينة أيضاً ويكون عمودياً على كل من ملف الإرسال والمجال المغناطيسي ويطلق عليه ملف الإستقبال **receiver coil** ويتولد فيه فيض كهربى ينتقل إلى المستقبل **receiver** حيث يتم تكبيره وتسجيله.

وحدة التكامل الإلكتروني Electronic Integrator

تحتوي جميع أجهزة الرنين النووي المغناطيسي على وحدة لقياس المساحة تحت كل منحنى إمتصاص وتسمى وحدة تكامل الإلكتروني **Electronic Integrator** وهذه المساحة تتناسب طردياً مع عدد البروتونات المسئولة عن هذا الامتصاص. وكما ذكرنا سابقاً تختلف أجهزة NMR عن بعضها في شدة المجال المستخدم وبالتالي في تردد أشعة الراديو المستخدمة ، وتميز الأجهزة المختلفة بناء على تردد الأشعة المستخدمة في الجهاز.

جهاز 60 MHz NMR : هو الجهاز الذي يستخدم أشعة ترددتها 60 MHz وللحصول على هذا التردد يستخدم شدة مجال مغناطيسي حوالي 14 كيلو جاوس وهذا المجال المغناطيسي يعمل على فصل مستويات الطاقة بحيث تكون في مدى طاقة أشعة الراديو المستخدمة في الجهاز.

مطياف الرنين النووي المغناطيسي

ومن الأجهزة الأخرى المستخدمة: 90, 100, 220, 300, 360 and 500 MHz وبزيادة شدة المجال نحصل على هذه الترددات العالية لأشعة الراديو. وفي بعض الأجهزة نجد أنه يثبت شدة المجال Fixed Magnetic Field مثلاً عند 14 كيلوجاوس ثم يغير في التردد Vary the Frequency حتى يعمل Location للرنين Resonance وهذه هي الأكثر شيوعاً ، حيث أن كل نواة - مثلاً الهيدروجين 1H أو الفلور ^{19}F أو الفوسفور ^{31}P أو الكربون ^{13}C - لها تأرجح Resonance عند تردد مختلف.

أما في الأجهزة الأعلى MHz 300 والتي تتطلب مجال قوي جداً يتم غمر مغناطيسي قوي في حمام من الهليوم المسال liquid helium ويطلق عليه superconducting magnet high field بمعنى أن ملف المغناطيسي هنا يوصل التيار الكهربائي بالكامل بحيث تكون المقاومة تساوي صفراء.

ولكي يوصل ملف المغناطيسي magnet coil التيار الكهربائي بكفاءة عالية يجب أن يحفظ على درجة حرارة منخفضة جداً تصل إلى درجة برودة الهليوم المسال ، أما إذا ارتفعت درجة حرارة ملف المغناطيسي فإن المقاومة تزداد وينتقل حراقة ويبدأ الهليوم في الغليان (درجة غليان الهليوم 4.3 درجة مطلقة) ويحدث اعاقه لل المجال المغناطيسي.

ويطلق على هذه الأجهزة

- Fourier transform nuclear magnetic resonance (FT NMR spectrometer).
- Magnetic resonance imaging (MRI) machine.

تحضير العينات Sample handling

يمكن عمل 1H -nmr للعينات السائلة أو الصلبة بعد عمل محلول منها افي مذيب مناسب حيث يذاب وزنه من العينة في حدود mg 30 في المذيب ويشترط ألا يحتوى المذيب على هيدروجين في تركيبه.

وفي حالة المركبات القطبية والتي تتطلب مذيب قطبى مثل الماء أو الايثانول يجب استخدام مذيب يحتوى على نظير الهيدروجين وهو الديوتريوم حيث أنه ليس له

مطياف الرنين النووي المغناطيسى

إمتصاص فى الـ $^1\text{H-nmr}$ وتسمى مثل هذه المذيبات Deuterated solvents و هي غالبة الثمن.

ومن أمثلة المذيبات الشائعة الاستخدام في هذا المجال:

Deuterated water (D_2O)

Deuterated Ethanol $\text{C}_2\text{D}_5\text{OD}$

Deuterated chloroform CDCl_3

Deuterated benzene C_6D_6

ولتحضير العينة للتحليل بواسطة جهاز الرنين النووي المغناطيسى نحتاج حوالي 20-30 مليجرام من المادة الصلبة أو 50 ميكروليتر من العينة السائلة وتذاب العينة الصلبة أو تخفف العينة السائلة بحوالى 0.5 مل من المذيب المناسب ، ثم توضع العينة في أنبوبة التحليل (5mm i.d. glass tube) ، وإذا كان هناك عكارة يجب ترشيح العينة حتى تكون شفافة ، ويجب أن يكون ارتفاع محلول في الأنبوبة حوالي 7-3 سم ، ويضاف إلى العينة مادة قياسية reference substance وهي غالباً عبارة عن مادة رابع ميثيل سيلان Tetra methyl silan (TMS) ثم تغطى الأنبوبة بقطن بلاستيك ثم توضع الأنبوبة داخل الـ turbine ثم في المكان المخصص لها وهو بين قطبي المغناطيس ويدفع تيار من الهواء من خلال مضخة pump فتدور الأنبوبة بسرعة عالية ثم نعمل location TMS عند الصفر ثم نعمل scan للعينة على chart خاصة برسم طيف الامتصاص للعينات (شكل 5-6).