



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

OPTIMALIZACE POKUSNÉHO NQR SPEKTROMETRU

OPTIMIZATION OF THE EXPERIMENTAL NQR SPECTROMETER

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Ján Segiňák

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Miloslav Steinbauer, Ph.D.

BRNO 2017



Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Mikroelektronika**
Ústav mikroelektroniky

Student: Bc. Ján Segiňák

ID: 154864

Ročník: 2

Akademický rok: 2016/17

NÁZEV TÉMATU:

Optimalizace pokusného NQR spektrometru

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Obsahem práce je optimalizace užitečných parametrů experimentálního NQR spektroskopu UTEE. Seznamte se s metodami spektroskopie pevných látek pomocí nukleární kvadrupólové rezonance (NQR). Seznamte se s HW vybavením NQR spektrometru a jeho klíčovými parametry. Navrhněte možná HW řešení pro zlepšení parametrů spektroskopu: SNR, citlivost detekce, potlačení rušivých vnějších rf signálů, rychlost měření.

Realizujte navržené změny na experimentálním pracovišti a ověřte jejich účinnost. Prostudujte možné úpravy měřicích sekvencí, využívajících nové vlastnosti upraveného zapojení spektrometru.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

[1] SATHYANARAYANA, D.N. Introduction to Magnetic Resonance Spectroscopy ESR, NMR, NQR. I.K. International Publishing House, 2009. ISBN-13: 978-9380026251

[2] OSTAFIN, M., NOGAJ, B. 14N-NQR based device for detection of explosives in landmines. Adam Mickiewicz University of Poznan, Department of Physics, Umultowska 85, 61-614 Poznan, Poland, Elsevier, 2007.

Termín zadání: 6.2.2017

Termín odevzdání: 25.5.2017

Vedoucí práce: doc. Ing. Miloslav Steinbauer, Ph.D.

Konzultant:

doc. Ing. Lukáš Fucik, Ph.D.
předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Práca pojednáva o NQR spektroskopii, ktorá patrí medzi moderné nedeštruktívne meracie a diagnostické metódy pre charakteristiku rôznych materiálov. Využíva kvadrupólový moment - vlastnosť atómových jadier niektorých izotopov. Metóda nukleárnej kvadrupólovej rezonancie (NQR) je v princípe veľmi podobná nukleárnej magnetickej rezonancii (NMR). Diplomová práca sa v teoretickej časti zaoberá princípom NMR a NQR, popisuje možné využitie tejto metódy na detekciu napr. výbušnín, drog, a iných nebezpečných chemikálií. V nasledujúcich kapitolách sú rozobrané kľúčové parametre NQR spektrometra a princíp zvolenej metódy merania. Praktická časť práce sa zaoberá jednotlivými komponentami NQR spektrometra, návrhom možných vylepšení a programovaním meracej sekvencie. V záverečnej kapitole sú spracované merania predložených vzoriek.

KLÍČOVÁ SLOVA

spektroskopie, NQR, nukleární kvadrupólová rezonance, NMR, nukleární magnetická rezonance, detekce výbušnín a drog, USRP, LabVIEW

ABSTRACT

The thesis deals with the NQR spectroscopy, which is one of the modern non-destructive measurement and diagnostic methods for the characterization of various materials. It is using a quadrupole moment - a property of atomic nuclei of certain isotopes. A method of nuclear quadrupole resonance (NQR) is in principle very similar to nuclear magnetic resonance (NMR). Thesis in the theoretical part analyse the principles of NMR and NQR, describes the possible use of this method to detect for example explosives, drugs, and other chemicals. In the following chapters are analysed the key parameters of NQR spectrometer and the principle of the chosen measurement method. The practical part deals with the individual components of NQR spectrometer, the design of possible improvements and programming of the measuring sequence. In the final chapter are processed the measurements of the submitted samples.

KEYWORDS

spectroscopy, NQR, nuclear quadrupole resonance, NMR, nuclear magnetic resonance, detection of explosives and drugs, USRP, LabVIEW

SEGIŇÁK, J. *Optimalizace pokusného NQR spektrometru*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav mikroelektroniky, 2017. 50 s., 1 s. příloh. Diplomová práce. Vedoucí práce: doc. Ing. Miloslav Steinbauer, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svoji diplomovou práci na téma Optimalizace pokusného NQR spektrometru jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. Díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu semestrální práce doc. Ing. Miloslavu Steinbauerovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování projektu.

Experimentální část této diplomové práce byla podpořena výzkumnou infrastrukturou
vybudovanou v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/03.0072

Centrum senzorických, informačních a komunikačních systémů (SIX)
operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace.

OBSAH

| | |
|--|-----------|
| Úvod | 1 |
| 1 SPEKTROSKOPIA | 2 |
| 1.1 Spektrometrické metódy | 3 |
| 1.1.1 Elektromagnetická spektroskopia | 3 |
| 1.1.2 Atómová spektroskopia | 4 |
| 1.1.3 Hmotnostná spektroskopia | 4 |
| 1.1.4 Šumová spektroskopia | 5 |
| 1.2 NMR spektroskopia | 5 |
| 1.3 NQR spektroskopia | 6 |
| 2 ZÁKLADNÉ PARAMETRE NQR SPEKTROMETRA | 11 |
| 2.1 SNR (Signal-to-Noise Ratio) | 11 |
| 2.2 Citlivosť detekcie | 11 |
| 2.3 Rýchlosť merania | 13 |
| 3 PRINCÍP SNÍMANIA NQR SPEKTRA | 14 |
| 3.1 Prispôsobenie a oddelenie obvodu | 15 |
| 3.2 Digitálne spracovanie NQR spektra | 16 |
| 3.3 Vysielacia a prijímacia časť | 16 |
| 3.4 VF zosilňovače | 16 |
| 3.5 Obvod aktívneho tlmenia | 17 |
| 3.6 Ladenie meracej sondy | 18 |
| 4 KOMPONENTY NQR SPEKTROMETRA | 20 |
| 4.1 USRP (Universal Software Radio Peripheral) | 20 |
| 4.1.1 Prídavná karta LFTX 0-30 MHz | 22 |
| 4.1.2 Prídavná karta BasicTX 1-250 MHz | 23 |
| 4.1.3 Prídavná karta LFRX 0-30 MHz | 23 |
| 4.1.4 Prídavná karta BasicRX 1-250 MHz | 24 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 4.2 | Nízkošumový napájací zdroj | 25 |
| 4.3 | Výkonový zosilňovač | 29 |
| 4.4 | Nízkošumový zosilňovač | 30 |
| 4.5 | Smerová odbočnica | 31 |
| 4.6 | VF reléový spínač | 32 |
| 4.7 | Meracie sondy | 33 |
| 4.8 | Použité konektory a kabeláž | 37 |
| 5 | PROGRAMOVÁ PODPORA | 38 |
| 5.1 | Vývojové prostredie | 38 |
| 5.2 | Meranie NQR spektra | 38 |
| 5.3 | Ladenie sondy | 39 |
| 6 | MERANIE VZORIEK | 41 |
| | Záver | 43 |
| | Literatúra | 44 |
| | Zoznam obrázkov | 46 |
| | Zoznam tabuliek | 48 |
| | Zoznam symbolov, veličín a skratiek | 49 |
| A | PRÍLOHA | 50 |
| A.1 | Zdrojový kód programu NQR spektrometra | 50 |

ÚVOD

Cieľom tejto diplomovej práce je optimalizácia parametrov experimentálneho NQR spektrometra UTEE. Tento cieľ je dosiahnutý v prvom rade pomocou štúdia a vypracovania teoretickej časti v oblasti spektroskopie pevných látok, resp. nukleárnej kvadrupólovej rezonancie (NQR), ktorá patrí medzi perspektívne neinvazívne a nedeštruktívne meracie metódy. V práci je popísaný základný prehľad teórie, ktorá súvisí s touto problematikou, popis meracích metód NQR spektroskopie, kľúčové parametre a jednotlivé komponenty experimentálneho meracieho pracoviska pre NQR spektrometriu, spolu s navrhovanými HW riešeniami pre zlepšenie parametrov spektrometra. Súčasťou práce je taktiež programovanie meracej sekvencie vo vývojovom prostredí LabVIEW a meranie predložených vzoriek.

1 SPEKTROSKOPIA

Spektroskopia je všeobecný termín pre fyzikálny odbor, ktorý sa zaoberá interakciou rôznych typov žiarenia s hmotou, potrebných k získaniu informácií o vzorke vo forme funkcie intenzity vyžarovania v závislosti na vlnovej dĺžke alebo frekvencii. Historicky prvé skúmané spektrum bolo pravdepodobne biele svetlo rozložené na sklenenom hranole Isaacom Newtonom.

V súčasnosti spektroskopia zahrňuje interakcie medzi hmotou a rôznymi formami energie, napríklad akustické vlny a zväzky častíc, ako sú ióny a elektróny. Vzorke je stimulovaná použitím energie vo forme žiarenia (tepla, svetla,...), elektrickej energie, časticou alebo chemickou reakciou. Pred aplikovaním stimulu je vzorka v základnom stave s najnižšou energiou. Po jeho aplikácii spravidla dôjde k jeho vybudeniu do excitovaného stavu. V tomto stave zotrva len krátko, vyžiari merateľné elektromagnetické žiarenie s určitou frekvenciou f (vlnovou dĺžkou λ) a vráti sa do základného stavu, prípadne je možné merať množstvo absorbovaného elektromagnetického žiarenia v dôsledku excitácie. Výsledky tohto merania sú často vyjadrené graficky pomocou spektra, ktorým je graf vyžarovaného žiarenia ako funkcia frekvencie alebo vlnovej dĺžky.

Spektroskopia je veľmi široká oblasť, existuje množstvo podoblastí, každá s početnou implementáciou konkrétnych spektroskopických techník. Vďaka spektroskopii bolo objavených aj niekoľko chemických prvkov. Rôzne implementácie a techniky môžu byť zaradené do niekoľkých skupín [2]:

- podľa vyžarovanej energie - elektromagnetická, akustická alebo mechanická energia, subatomárne častice (elektróny, protóny, neutróny);
- podľa povahy interakcie - absorpcia, emisia, rozptyl, odraz alebo rezonancia, do tejto kategórie patrí NMR aj NQR spektroskopia;
- podľa druhu materiálu - atómová, molekulová, jadrová alebo kryštálová;
- ostatné (nezaradené) druhy spektroskopie.

Spektroskopia má veľké využitie vo väčšine vedných odborov – od fyziky, chémie, biológie, cez elektrotechniku, strojárstvo, stavebníctvo až po medicínu. Meracie zariadenia pre stanovenie spektra látok sa nazývajú spektrometre, spektrofotometre, spektrografy alebo spektrálne analyzátory. Priamou aplikáciou využitia atómovej spektroskopie je napríklad využitie vzácnych plynov vo svetelných trubiciach. Cez ich spektrálne vlastnosti sú vyberané prímеси, ktoré ovplyvňujú farbu svetla. V astrofyzike môžeme podľa spektra svetla zachyteného zo vzdialených hviezd určiť ich zloženie. Plyny jedovatého oxidu dusičitého majú červenohnedé výpary, čo je priamy dôsledok

absorpčných vlastností molekulového spektra, Rayleighov rozptyl spôsobuje modrú farbu oblohy [3].

Hlavným parametrom elektromagnetickej vlny je frekvencia. Príliš vysoké frekvencie, ktoré zahrňujú oblasť nad UV pásmom - tzv. ionizujúce žiarenie (röntgenové a γ -žiarenie) atóm ionizujú, čím sa stane silne reaktívnym, v súvislosti so živými organizmami to znamená zmenu genetickej informácie alebo až zánik bunky. Za relatívne bezpečné sú považované frekvencie nižšie než pásmo viditeľného svetla (oblasť rádiových vln). Moderné metódy vyžadujú nedeštruktívnu analýzu, aplikácia spektroskopie na človeka taktiež vyžaduje použitie bezpečných hodnôt energií. Tieto metódy používajú rádiové frekvencie, ktoré v atónoch ovplyvnia natočenie spinu v jadre. Pri aplikácii na človeka potom postačuje dodržanie bezpečných hodnôt SAR (Specific Absorption Rate – špecifická miera absorpcie) [3].

Spektrum látok väčšinou nie je spojité, tvoria ho spektrálne čiary, ktorých kombinácia je pre danú chemickú látku unikátna. Kvapaliny a pevné látky majú často spektrum pásové, plynné látky majú izolované spektrálne čiary alebo ich zhluky [1].

1.1 Spektrometrické metódy

Spektrometria a spektrometrické metódy sa vzťahujú k meraniu intenzity žiarenia s fotoelektrickým snímačom alebo podobným typom elektrického zariadenia. Najviac používané spektrometrické metódy sú založené na elektromagnetickom žiarení, ktoré má ako forma energie niekoľko podôb, najľahšie detekovateľné viditeľné svetlo a sálavé teplo (infračervené žiarenie), ťažšie detekovateľné prejavy ako sú gama žiarenie, röntgenové, ultrafialové, mikrovlnné a rádiové žiarenie. Spektrometrické metódy patria do veľkej skupiny analytických metód [2].

1.1.1 Elektromagnetická spektroskopia

Elektromagnetická spektroskopia zahŕňa viacero druhov spektroskopie [2]:

- Ultrafialovo-viditeľná absorpčná spektroskopia (UV/VIS) – je založená na meraní transmitancie T alebo absorpcie A podľa Lambert-Beerovho zákona. Ide o metódu analytickej chémie, variant spektrofotometrie;
- Luminiscenčná spektroskopia – Do tejto skupiny patria tri spojené typy optických metód. Ide o fluorescenciu, fosforescenciu a chemickú luminiscenciu. V každej z týchto metód sú molekuly vzorky vybudené k produkcii elektromagnetického žiarenia, ktorého emisné spektrum poskytuje informácie pre kvalitatívnu alebo kvantitatívnu analýzu;
- Infračervená spektroskopia (IR) – zahŕňa oblasť spektra s vlnovou dĺžkou

v rozmedzí 0,8 až 1000 μm . Podľa energie použitého IR žiarenia a kvôli podobným technikám a prístrojom rozlišujeme IR spektrum do troch oblastí – vzdialená (20-1000 μm), stredná (2,5-20 μm) a blízka (0,8-2,5 μm);

- Ramanova spektroskopia – v roku 1928 indický fyzik C. V. Raman objavil, že vlnové dĺžky viditeľného svetla malého zlomku žiarenia sú rozptýlené na vibračných prechodoch molekúl kvôli predaniu časti energie, vlnová dĺžka rozptýleného lúča sa líši od vlnovej dĺžky dopadajúceho lúča. Taktiež posuny vo vlnovej dĺžke závisia na chemickej štruktúre molekúl zodpovedných za rozptyl. Touto metódou je možné zistiť informácie o štruktúre a priestorovom usporiadaní molekuly.

1.1.2 Atómová spektroskopia

V atómovej spektroskopii sa používajú tri hlavné typy spektrometrickej metódy na indikáciu prvkov obsiahnutých vo vzorkách hmoty a ich koncentráciu. Ide o [2]:

- Optická spektroskopia – prvky prítomné vo vzorke sú prevedené do plynných atómov alebo na základné ióny v procese zvanom atomizácia. Merané sú ultrafialové, viditeľné absorpcie, emisie alebo fluorescencie atómov v parách, hovoríme teda o atómovej absorpčnej, emisnej alebo fluorescenčnej spektrometrii;
- Hmotnostná spektroskopia – vzorky sú tiež atomizované, ale v tomto prípade sú plynné atómy konvertované na kladné ióny (zvyčajne jednotlivo nabité) a rozdelené podľa pomeru hmotnosti a náboja;
- Röntgenová spektroskopia – atomizácia nie je nutná, pretože röntgenové spektrum je pre väčšinu prvkov do značnej miery nezávislé na ich chemickom zložení vo vzorke. Kvantitatívne výsledky môžu byť preto na základe priameho merania fluorescencie, absorpcie alebo emisného spektra vzorky.

1.1.3 Hmotnostná spektroskopia

Hmotnostná spektroskopia (MS – Mass Spectroscopy) je pravdepodobne najviac rozšírený druh zo všetkých analytických metód. Ide o meranie pomeru hmotnosti a náboja fragmentu m/Q . Táto technika je schopná poskytnúť informácie o [2]:

- elementárnom zložení vzoriek,
- štruktúre anorganických, organických a biologických molekúl,
- kvalitatívnom a kvantitatívnom zložení komplexných zmesí,
- štruktúre a zložení pevných povrchov,
- pomere izotopov atómov vo vzorkách.

1.1.4 Šumová spektroskopia

Šumová spektroskopia sa javí ako perspektívna nedeštruktívna meracia a diagnostická metóda pre charakteristiku rôznych materiálov v časovej a frekvenčnej oblasti prostredníctvom spektrálnej hustoty meraného výkonu. Hlavným diagnostickým nástrojom je nízkofrekvenčná napäťová a prúdová spektrálna hustota a ich štatistická distribúcia. Meranie pomocou šumovej spektroskopie v posledných rokoch naberá na význame a dostáva sa do stredu záujmu mnohých vedeckých skupín. Jedná sa o širokopásmovú meraciu metódu využívajúcu šum. Veľké využitie sa predpokladá v elektronických zariadeniach, napríklad pre polovodiče [5].

Princípom metódy je mapovanie náhodných fluktuácií vo vzorke. Vstupné vlnenie prechádza vzorkou a na výstupe zaznamenávame zmeny amplitúdy signálu. V spinovej šumovej spektroskopii sú merané vzorky ožarované polarizovaným svetlom a na výstupe sledujeme polarizáciu spinu vzorky. Výsledkom je súčet záporných a kladných spinov na danej frekvencii. Týmto získame rozdiel v absorpcii v meranom pásme [5].

Pre UWB (Ultra-Wide-Bandwidth – ultra-širokopásmové) systémy sa vyvinulo niekoľko meracích metód. V tomto prípade je potrebný kontinuálny zdroj šumu, v ideálnom prípade vyrábajúci biely šum, s danou šírkou pásma. Pri použití bieleho šumu, širokopásmových antén a zvukotesnej komory sa zistilo, že potrebám šumovej spektroskopie plne vyhovuje uzavretá a netienená miestnosť bez významného zvukotesného vplyvu. Výskumná technika s použitím UWB signálu bola vyskúšaná ako mechanická konštrukcia, ktorá obsahovala dve vhodne vybrané a pevne uchytené UWB antény. Skúmaná vzorka bola umiestnená medzi meracími anténami. Prvá z týchto antén bola vysielacia, ktorá dodávala biely šum z generátora zosilnený výkonovým zosilňovačom. Druhá anténa snímala signál z generátora šumu a príslušných elektromagnetických zdrojov, spektrum signálu bolo zaznamenané opakovane. Počiatočná fáza spočívala v opakovanom vysielaní a snímaní ako signálov z generátora šumu tak aj externých signálov. Opakovanie sa vykonávalo pre každú meranú frekvenciu, a program výkonové spektrum zhrnul. Tak sa získala frekvenčná závislosť distribúcie energie. Toto meranie bolo na konci prevedené na frekvenčnú závislosť špecifického výkonu - získala sa charakteristika frekvenčného spektra pozadia. V tomto okamihu, sa skúmaná vzorka umiestnila do nosnej konštrukcie. Následne sa vykonávalo opakované meranie vyššie uvedeným postupom [5].

1.2 NMR spektroskopia

NMR spektroskopia je pravdepodobne najširšie používaná a najdôležitejšia spektrálna technika v súčasnosti. Dôkazom tohto tvrdenia sú obrovské možnosti aplikácie

v rôznych vedných disciplínach, relatívne jednoduché použitie a množstvo informácií, ktoré je možné získať jej používaním. Táto technika je obvykle spájaná s rezonanciou vodíkových jadier, s protónmi a uhlíkom, avšak existujú aj ďalšie prvky, na ktoré môže byť NMR použité [1].

NMR spektroskopia využíva magnetické vlastnosti atómových jadier. Existencia nukleárných magnetických momentov a popis ich správania sa v magnetickom poli boli demonštrované Stern-Gerlachovým experimentom v roku 1946. Za objav NMR bola v roku 1952 udelená Nobelova cena za fyziku vedcom z Harvardskej univerzity Edwardovi Purcellovi a Félixovi Blochovi [1].

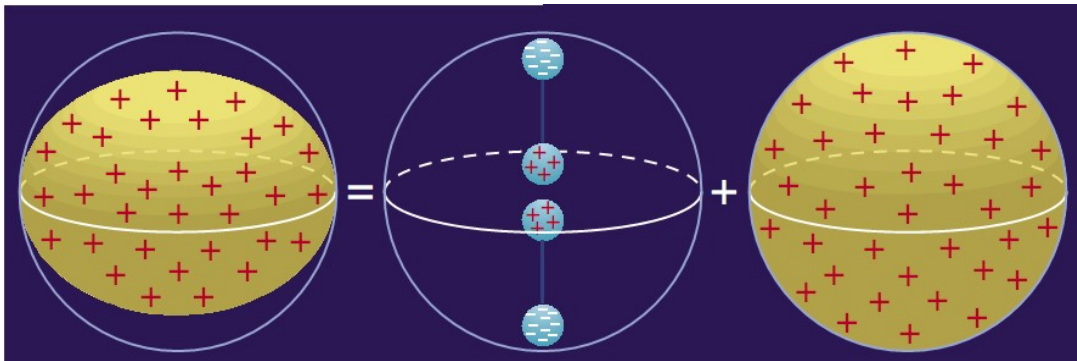
Atómové jadro pozostáva z protónov a neutrónov, ktoré spoločne nazývame ako nukleóny. Najjednoduchšie jadro má vodík (H), ktorý má v jadre iba jeden protón so spinom $1/2$. Neutrón, ktorý je prítomný v každom jadre okrem vodíka má taktiež spin $1/2$. Vo výsledku to znamená, že pokiaľ je počet protónov a neutrónov v jadre rovnaký, výsledný spin bude nulový. Nerovnaký počet protónov a neutrónov v jadre majú izotopy prvkov, t.j. ich spin je nenulový. Pozorované nukleínové spiny boli racionalizované tromi empirickými pravidlami [1]:

- jadrá, ktoré majú párny počet oboch nukleónov majú nulový spin (napr. ^4He , ^{12}C , ^{16}O , ...);
- jadrá, ktoré majú nepárny počet protónov a neutrónov majú integrálny spin (napr. ^2H , ^{14}N , ^{10}B , ...)
- jadrá, ktoré majú nerovnaký počet protónov a neutrónov v jadre (izotopy) majú polovičný integrálny spin (^1H , ^{15}N , ^{19}F , ^{31}P , ^{11}B , ^{17}O , ^{35}Cl , atď.)

1.3 NQR spektroskopia

Spektroskopia, ktorá využíva jav nukleárnej kvadrupólovej rezonancie (NQR) je analytická metóda aplikovateľná na pevné materiály. NQR spektroskopia je použiteľná na väčší počet prvkov než NMR, principiálne je veľmi podobná NMR, avšak na rozdiel od nej nespolieha na usporiadanie magnetických momentov vo vonkajšom magnetickom poli. Namiesto toho metóda využíva fakt, že niektoré atómové jadrá disponujú tzv. kvadrupólovým momentom. Príklady izotopov, ktoré je možné identifikovať pomocou NQR spektroskopie sú uvedené v tab. 1.1. NQR nie je rutinne používaná kvôli podmienkam použitia metódy a špeciálneho vybavenia potrebného na meranie. Prvé dôkazy boli získané štúdiom veľmi jemnej štruktúry atómového spektra prvku európiu nemeckými vedcami Schulerom a Schmidtom. Používa sa napríklad na detekciu narkotík a podomácky vyrobených výbušnín [1], [2].

Kvadrupólový moment je zdanlivo tvorený dvoma elektrickými protichodne orientovanými dipólmi. Uvedenú skutočnosť je možné vysvetliť tým, že jadrá majú spinové kvantové číslo väčšie než $\frac{1}{2}$. Inými slovami pozitívny elektrický náboj tohto jadra nie je rozmiestnený s dokonalou guľovou symetriou. Uvažujme moment s rovnomerným rozložením kladného náboja v tvare gule, stlačením gule by sme obdržali sploštený elipsoid. Tento elipsoid by bol tvorený dvoma nad sebou uloženými, protichodne orientovanými dipólmi – tvorili by teda akýsi „kvadrupól“. Ak je spinové kvantové číslo 0 – rozdelenie kladného náboja je guľové, ak je toto číslo $\frac{1}{2}$ a súčasne kvadrupólový moment eQ je nulový je rozdelenie náboja stále sférické (e je náboj elektrónu a Q je kvadrupólový moment meraný odchýlkou náboja od dokonalnej guľovej symetrie). Pokiaľ je súčin eQ rôzny od nuly, potom jadro disponuje kvadrupólovým momentom. Ak je $eQ < 0$, potom je elipsoid stlačený voči hlavnej, teda vertikálnej ose (viď obr. 1.1), naopak pokiaľ $eQ > 0$ je tento moment voči hlavnej ose pretiahnutý. Nukleárny kvadrupólový moment je potom často uvedený v jednotke barn [4].



obr. 1.1 Kvadrupólový moment atómových jadier, kde $eQ < 0$, prevzaté z [4]

Najmenší možný kvadrupólový spin je rovný jednej. Čo sa týka nižších celočíselných spinov, sú známe 4 stabilné jadrá. So spinom $I = 1$ sú to nasledujúce prvky ${}^2\text{H}$, ${}^6\text{Li}$, ${}^{14}\text{N}$ a so spinom $I = 3$ potom ${}^{10}\text{B}$. Za zmienku ešte stoja rádioaktívne izotopy s dlhou dobou života ${}^{50}\text{V}$ s jadrovým spinom $I = 6$ a ${}^{138}\text{La}$ so spinom $I = 5$. Väčšina NQR meraní s celočíselným spinom je realizovaná na atómoch dusíku, konkrétne na izotope ${}^{14}\text{N}$ [4].

Pre jednotkový jadrový spin existujú 3 možné energetické hladiny (obr. 1.2) definované nasledujúcimi vzťahmi (symbol η vyjadruje parameter asymetrie a nadobúda hodnoty $0 \leq \eta \leq 1$, v prípade osovej symetrie nadobúda hodnoty $\eta = 0$) [4]:

$$E_0 = -\frac{2}{3}h\nu_Q, \quad E_{\pm} = \frac{1 \pm \eta}{3}h\nu_Q, \quad \text{kde} \quad (1), (2)$$

E ... energetická úroveň;

η ... parameter asymetrie;

h ... Planckova konštanta ($h = 6,626 \cdot 10^{-34}$ J.s);

ν_Q ... frekvencia prechodu, [Hz]; definovaná nasledovne

$$\nu_Q = \frac{3e^2qQ}{4I(2I-1)\hbar}, \text{ kde} \quad (3)$$

I ... veľkosť spinu, [-];

E^2qQ ... kvadrupólová väzobná konštanta, kde

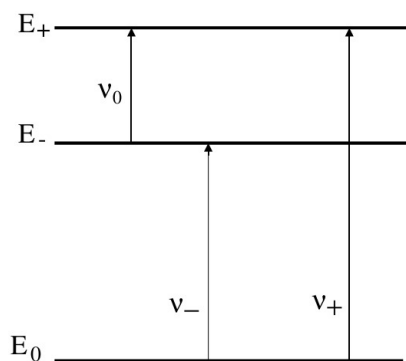
e ... náboj elektrónu ($e = 1,602\,176\,565 \cdot 10^{-19}$ C);

q ... hodnota gradientu el. poľa v danom smere;

Q ... kvadrupólový moment, [barn].

Vyššie popísané energetické hladiny definujú základné rezonančné frekvencie jednotkového spinu nukleárnej kvadrupólovej rezonancie podľa vzťahov [4]:

$$\nu_0 = \frac{2}{3}\eta\nu_Q, \nu_{\pm} = \left(1 \pm \frac{\eta}{3}\right)\nu_Q \quad (4), (5)$$



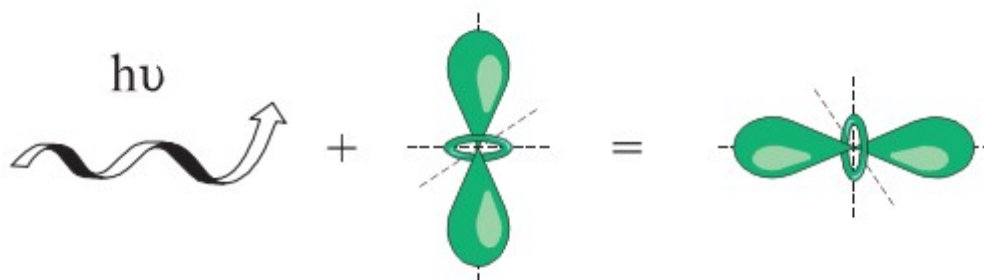
obr. 1.2 Rozdelenie energetických hladín jednotkového spinu, prevzaté z [4]

tab. 1.1 Izotopy prvkov často používaných v NQR [1]; QCC je kvadrupólová väzobná konštanta

| Izotop prvku | Prirodzený výskyt (%) | Spin | Kvadrupólový moment (10^{-28} m ²) | QCC/MHz |
|------------------|-----------------------|------|---|---------|
| ¹⁴ N | 99,6 | 1 | $1,6 \times 10^{-2}$ | -10 |
| ³⁵ Cl | 75,5 | 3/2 | -1×10^{-1} | 110 |
| ³⁷ Cl | 24,5 | 3/2 | $-7,9 \times 10^{-2}$ | 86,7 |
| ⁷⁹ Br | 50,5 | 3/2 | $3,7 \times 10^{-2}$ | 770 |
| ⁸¹ Br | 49,5 | 3/2 | $3,1 \times 10^{-1}$ | 645 |
| ¹²⁷ I | 100 | 5/2 | $-7,9 \times 10^{-1}$ | -2293 |

Dipólový moment nastáva pri rozdelení dvoch bodových nábojov, kvadrupólový

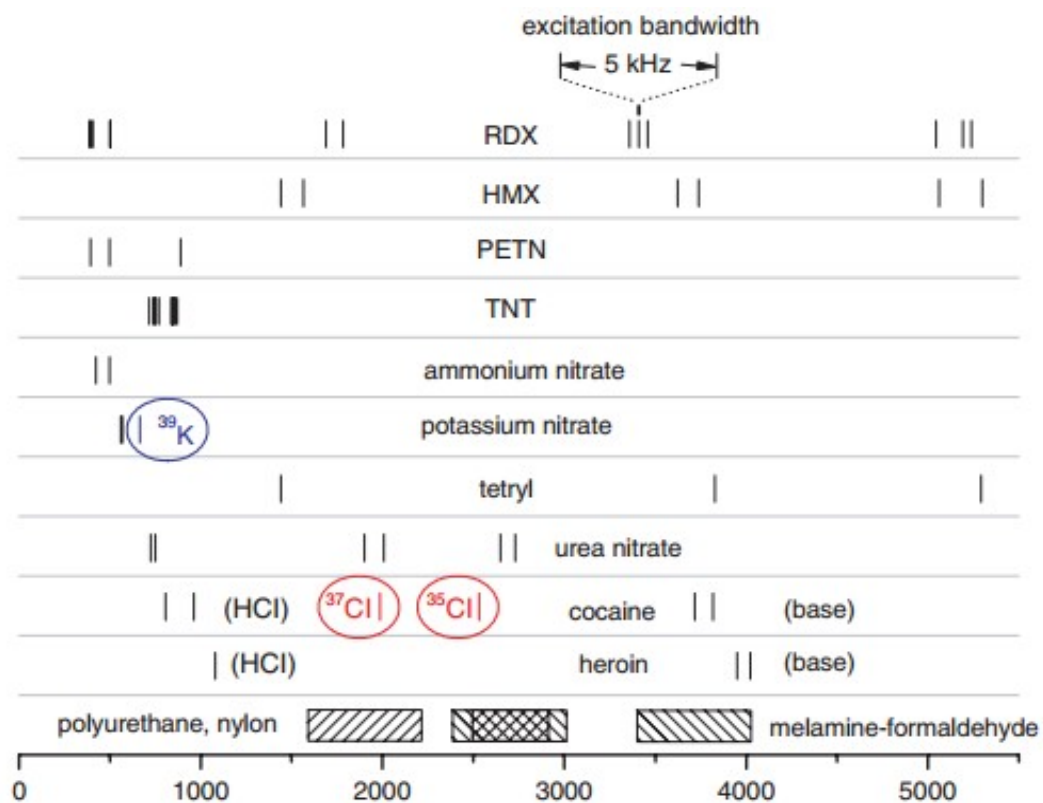
moment nastáva pri rozdelení štyroch bodových nábojov. Uplatnením pulzu so správnou frekvenciou dochádza k prevráteniu jadrového spinu a vyvoláva NQR signál v snímačej cievke (obr. 1.3). Nesymetrickým rozložením náboja vytvára atómové jadro gradient elektrického poľa. Gradientom sa v podstate meria veľkosť energie medzi jednotlivými energetickými stavmi, väčší rozdiel medzi susednými energetickými stavmi zodpovedá vyššej rezonančnej frekvencii. Energetické úrovne, v ktorých sa atómové jadrá nachádzajú, sú definované na základe hodnoty spinového čísla. Pomocou vzorov je možné definovať frekvencie nukleárnej kvadrupólovej rezonancie. Tieto frekvencie sú ovplyvnené kompletnou chemickou štruktúrou skúmanej látky, preto je možné podľa frekvenčného spektra rozpoznať konkrétnu látku [1], [3].



obr. 1.3 Princíp nukleárnej kvadrupólovej rezonancie, prevzaté z [6]

Ak je atóm s kvadrupólovým momentom v obložení ostatných Q- momentov, bude s nimi interagovať. Celkový moment je potom daný súčtom jednotlivých momentov. Ak sú zodpovedajúce momenty orientované protichodne, odčítajú sa. Veľkosť spektrálnej čiary je podobne ako pri NMR priamo úmerná magnetizácii v danom smere [3].

Zjednodušene pomocou NQR, rovnako ako NMR, je možné rozpoznať konkrétnu zlúčeninu daného prvku (obr. 1.4), s tým rozdielom, že NQR sa obmedzuje na pevné látky, aplikáciu na plyny a kvapaliny vylučuje skutočnosť, že sa molekuly neustále premiešavajú, gradient elektrického poľa je takmer nulový a teda sa prechody medzi energetickými stavmi kvadrupólových momentov nedajú pozorovať [3].



obr. 1.4 NQR rezonančné frekvencie pre niektoré výbušniny a narkotiká, prevzaté z [6];
osa x je v [kHz]

2 ZÁKLADNÉ PARAMETRE NQR SPEKTROMETRA

Táto kapitola popisuje základné parametre NQR spektrometra, ktoré sú kritické pre jeho správnu funkciu. Nie je nič nezvyčajné, že väčšina parametrov je nejakým spôsobom previazaná, t. j. zlepšenie jedného z parametrov sa prejaví zlepšením ostatných.

2.1 SNR (Signal-to-Noise Ratio)

Signal-to-Noise Ratio v preklade odstup signál - šum (SNR skrátene alebo S/N) je miera používaná v praxi, ktorá porovnáva úroveň požadovaného signálu oproti úrovni šumu v pozadí. Je definovaný ako pomer výkonu signálu k výkonu šumu, často býva vyjadrený v decibeloch. Pomer vyšší ako 1:1 (väčší ako 0 dB) označuje silnejší signál než šum. Kým SNR je obvyčajne spomínaný pri elektrických signáloch, môže byť aplikovaný na akúkoľvek formu signálu.

SNR je jeden z hlavných parametrov pre NQR spektrometer. Zvýšením odstupom medzi signálom a šumom sa zvýši citlivosť detekcie. Jednou z možností zvýšenia SNR je tzv. spin echo. Ide o špeciálnu vlastnosť nukleárnej rezonancie, kde sa elektromagnetická energia neuvoľní naraz, ale rozloží sa v čase, prípadne sa zosilní ďalšími RF impulzmi.

V prípade NMR spektroskopie je možné SNR zvýšiť pomocou magnetickej indukcie - vyššia hodnota magnetickej indukcie sa prejaví zvýšením SNR.

2.2 Citlivosť detekcie

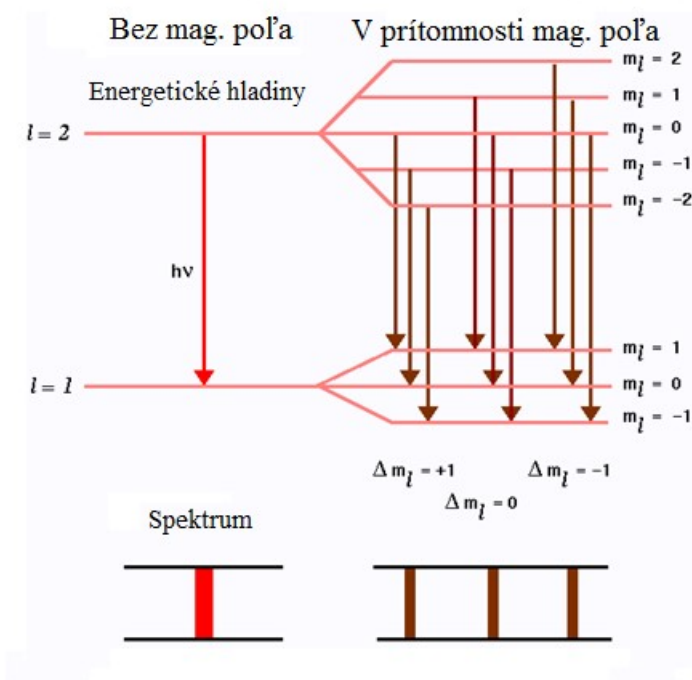
Citlivosť detekcie je rovnako dôležitý parameter NQR spektrometra. Je ovplyvnená práve hodnotou SNR - čím vyššie SNR, tým vyššia citlivosť. V praxi existuje hneď niekoľko možností zvýšenia citlivosti detekcie napr.:

- zvýšením výkonu užitočného signálu napr. zosilňovačom s väčším zosilnením;
- výberom súčiastok s čo najnižším vlastným šumom;
- potlačením vonkajších a vnútorných rušivých RF signálov a šumu na minimum, čo je možné dosiahnuť umiestnením meracej aparatúry a sondy do uzemnenej vodivej komory;
- zväčšením vzdialenosti od ostatných zdrojov rušenia ako napr. výpočtová

technika, spínané zdroje, antény a pod.;

- využitím akumulátorov na napájanie všetkých komponentov spektrometra počas doby merania;
- diferenčným meraním, t. j. jedna sonda sníma frekvenčné pozadie bez vlozenej vzorky, druhá sonda sníma predloženú vzorku a samozrejme frekvenčné pozadie okolia. Rozdielom oboch nameraných charakteristík bude hľadaný NQR signál;
- kumulatívnym meraním, t. j. opakovaním merania a priemerovaním výsledkov;
- priložením magnetického poľa (Zeemanov jav);
- kombináciou vymenovaných možností.

Zeemanov jav (obr. 2.1) objavil Pieter Zeeman v roku 1896, za čo mu bola udelená Nobelova cena za fyziku v roku 1902. V princípe ide o rozštiepenie spektrálnych čiar na niekoľko zložiek vplyvom magnetického poľa, v ktorom sa nachádza zdroj žiarenia. Veľkosť rozštiepenia vzrastá s intenzitou magnetického poľa. Zeemanov jav umožňuje napr. z meraní polohy rozštiepených spektrálnych čiar určovať veľkosť a smer magnetických polí (slnečné škvrny) [23].



obr. 2.1 Zeemanov jav a vplyv magnetického poľa na spektrum [22]

Aplikáciou magnetického poľa teda dôjde k rozladeniu rezonančných frekvencií NQR a dočasnému zmiznutiu kvadrupólovej rezonancie na sledovaných frekvenciách. Znalosť tohto javu je možné využiť pre analýzu požadovaného NQR signálu v zmesi ostatných signálov. Pokiaľ na skúmanú vzorku aplikujeme po snímaní NQR magnetické

pole, NQR dočasne zmizne a získaný výsledok odčítame od predchádzajúceho signálu, výsledkom bude čistý NQR signál.

Zo skúseností je možné aplikovať vyhodnotenie signálu z jedného merania iba pri látkach s veľmi silnou odozvou. Jednou z takých látok je napr. chlorečnan draselný. Limitujúcim faktorom je citlivosť detekcie meracej aparatury a správne zachytenie odozvy. Je možné využiť metódu kumulácie vzoriek, kde v reálnom čase s narastajúcim počtom opakovaných meraní sa vynára signál zo šumu, k tomu je potrebných niekoľko stoviek až tisíc meraní. Signál NQR rastie priamoúmerne odmocnine počtu meraní, zatiaľ čo náhodný šum vplyvom integrácie poklesne k nule [3.].

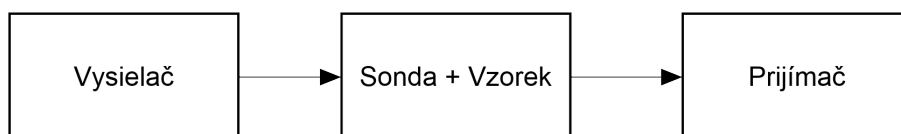
Pre digitálne spracovanie dát je vhodné použiť kvadrátúry demodulátor. Výhodou kvadrátúry detekcie je teoretické zvýšenie citlivosti $\sqrt{2}$ krát. Kvadrátúry signál obsahuje zložku I a o 90° fázovo posunutú kvadrátúru zložku Q. Dosiahnutie teoretickej presnosti vyžaduje presnú fázu oboch signálov [3.].

2.3 Rýchlosť merania

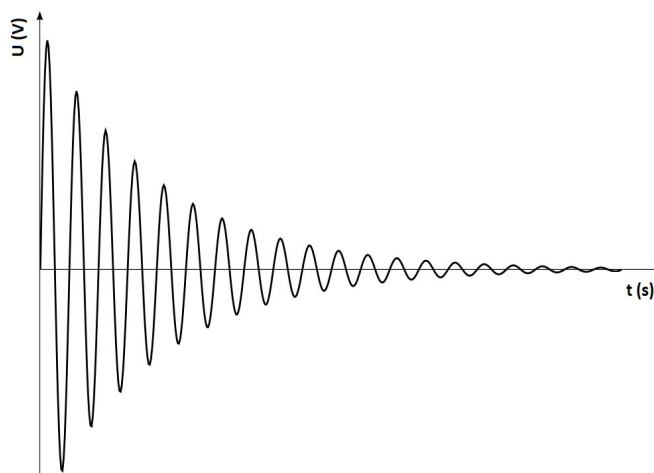
Ďalším z parametrov NQR spektrometra je rýchlosť merania. Celková rýchlosť merania v NQR spektroskopii je odvodená z doby trvania budiaceho impulzu, mŕtvej doby, počas ktorej dochádza k ustáleniu prechodových javov, času snímania FID signálu a samozrejme počtu opakovaní. Tieto doby sú odlišné pre každý meraný materiál, dokonca je pozorovateľný vplyv teploty okolia a atmosférického tlaku.

3 PRINCÍP SNÍMANIA NQR SPEKTRA

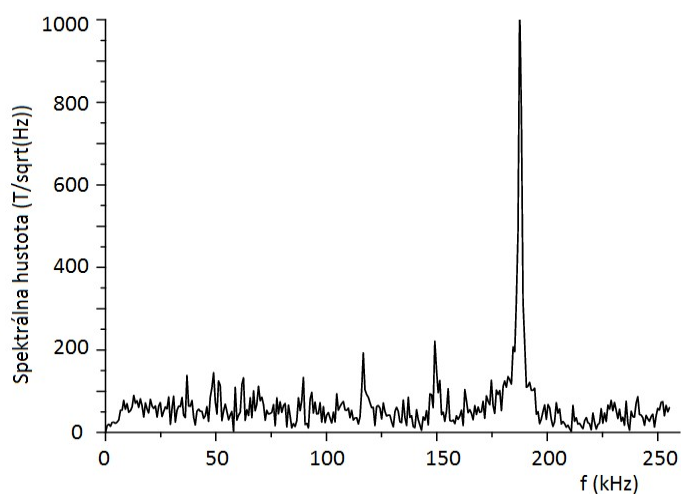
V NQR spektroskopii existuje niekoľko možností snímania spektier skúmaných látok. Zvolený postup zobrazuje obr. 3.1. Ide o základnú blokovú schému, kde sa na jednej strane vysiela signál do meracej sondy s vloženou vzorkou a na druhej strane je snímaný voľne indukovaný signál v čase (obr. 3.2) (tzv. FID – *Free Induction Decay*), z ktorého sa transformáciou získa frekvenčné spektrum obr. 3.3.



obr. 3.1 Základná bloková schéma NQR Spektrometra



obr. 3.2 FID signál



obr. 3.3 Frekvenčné spektrum FID signálu

3.1 Prispôsobenie a oddelenie obvodu

U nízko-frekvenčného systému napr. pri prenose elektrickej energie v rozvodoch nie je podmienka prispôsobenia obvodu nutnosťou. U vysokofrekvenčného systému akým je napríklad aj NQR spektrometer je nutné prispôsobenie vedenia. V prípade neprispôsobeného vedenia hrozí, že napätie vytvorené stojatým vlnením z vysielateľa zničí veľmi citlivé prijímacie predzosilňovače a odrazená vlna následne zničí výkonový zosilňovač na vysielacej strane. Preto je bezpodmienečne nutné, aby stojaté vlnenie nevznikalo a generovaná energia sa pohlcovala v záťaži [3].

Rozlišujeme dva typy prispôsobenia vedenia k záťaži – impedančné a výkonové. Impedančné prispôsobenie minimalizuje odrazy na vedení a zvyšuje zisk, charakteristická je rovnosť impedancia zdroja = impedancii záťaže. Výkonové prispôsobenie zaisťuje maximálny prenos výkonu zo zdroja do záťaže, resp. optimalizuje záťaž pre zosilňovač. Výkonové prispôsobenie je definované tak, že impedancia zdroja je komplexne združená k impedancii záťaže. Prispôsobené vedenie má PSV (pomer stojatých vln) rovné 1 a činiteľ odrazu ρ je ideálne rovný 0 [3].

Optimálne prispôsobenie teda znamená, že reálne časti impedancie zdroja a záťaže sú rovné, typická hodnota charakteristickej impedancie je 50Ω , imaginárne časti impedancie sú nulové. V prípade, že tento stav neplatí, je nutné použiť prispôsobovací obvod, napr. π -článok, $\lambda/4$ transformátor, mikropáskové vedenie alebo impedančný transformátor [3].

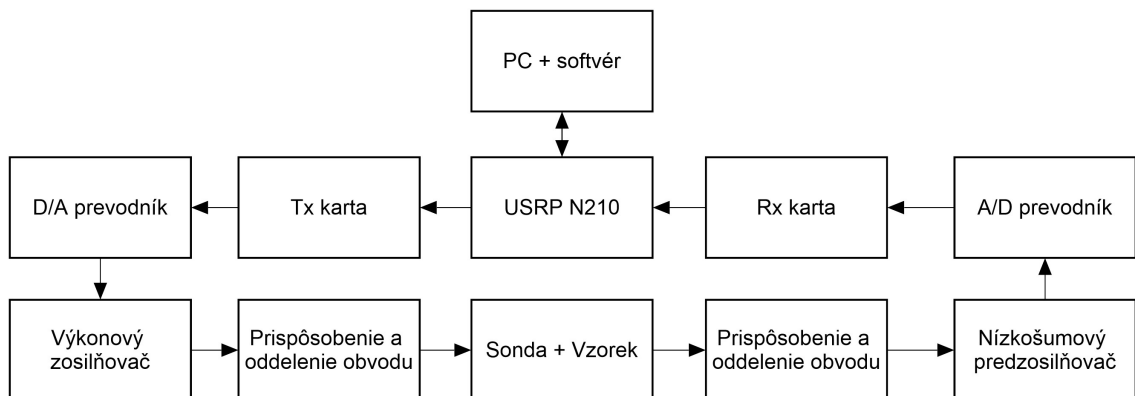
V princípe je meracia sonda tvorená rezonančným obvodom s vysokým činiteľom akosti Q . Ako oddeľovací obvod slúžia obvykle antiparalelne zapojené diódy v kombinácii s ďalšími obvodmi, ktoré zabezpečujú prispôsobenie. Meranie prispôsobenia sondy môže byť realizované napr. reflektometrom alebo spektrálnym analyzátorom v móde return loss, prípadne je možné túto funkciu implementovať do softvéru, ktorý je určený na snímanie NQR spektra. obr. 3.4 zobrazuje blokovú schému NQR spektrometra rozšírenú o obvod prispôsobenia/oddelenia.



obr. 3.4 Bloková schéma NQR spektrometra s prispôsobením obvodu

3.2 Digitálne spracovanie NQR spektra

V súčasnosti je z dôvodu rýchlosti a jednoduchosti kladený veľký dôraz na možnosť spracovania údajov pomocou PC. Pre systém NQR spektrometra to znamená, že budiace impulzy budú generované ako digitálne signály pomocou PC a USRP N210 (Universal Software Radio Peripheral). Na prijímacej strane sa indukuje analógový FID signál, ktorý musí byť po prechode predzosilňovačom spracovaný A/D prevodníkom, kde dôjde ku vzorkovaniu a diskretizácii na digitálny signál. Ten je ďalej spracovávaný a vyhodnocovaný pomocou USRP N210 a PC. obr. 3.5 zobrazuje blokovú schému NQR spektrometra rozšírenú o PC a URSP N210.



obr. 3.5 Bloková schéma NQR spektrometra využívajúceho USRP

3.3 Vysielacia a prijímacia časť

Vysielacia časť obvodu je tvorená prídavnou kartou TX s D/A prevodníkom, ktorá je pripojená priamo do USRP a zabezpečuje predanie generovaného digitálneho budiaceho impulzu do D/A prevodníka na výstupe karty. Následne je analógový impulz vyslaný do meracej sondy.

Prijímacia časť obvodu je tvorená prídavnou kartou RX s A/D prevodníkom, ktorá je pripojená priamo do USRP a zabezpečuje príjem digitálneho signálu po spracovaní A/D prevodníkom na vstupe karty. obr. 3.5 zobrazuje blokovú schému NQR spektrometra spolu s A/D a D/A prevodníkmi, TX a RX prídavnými kartami.

3.4 VF zosilňovače

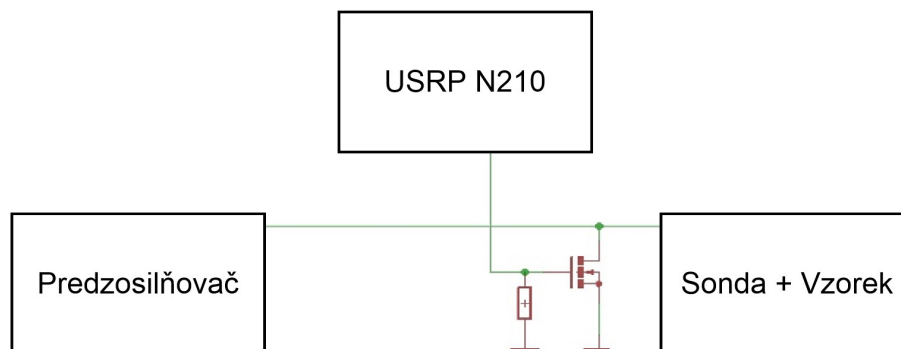
Analógový signál na výstupe D/A prevodníka nemá dostatok energie na to, aby vo vzorke vybudil dostatočne veľké elektrické pole a prevrátil jadrový spin, čo je potom možno zosnímať ako NQR signál. Je potrebné použiť VF zosilňovač s dostatočným výkonom (až stovky W).

Zosnímaný NQR signál na vstupe A/D prevodníka je taktiež príliš slabý, aby mohol byť jednoznačne vyhodnotený po spracovaní. Môže nastať situácia, že nasnímaný NQR sa stratí v šume. Aby sa tomu zabránilo je v prijímacej časti použitý predzosilňovač s veľmi nízkym vlastným šumom. V prípade potreby je možné predzosilňovače zapojiť do kaskády pre vyšší zisk.

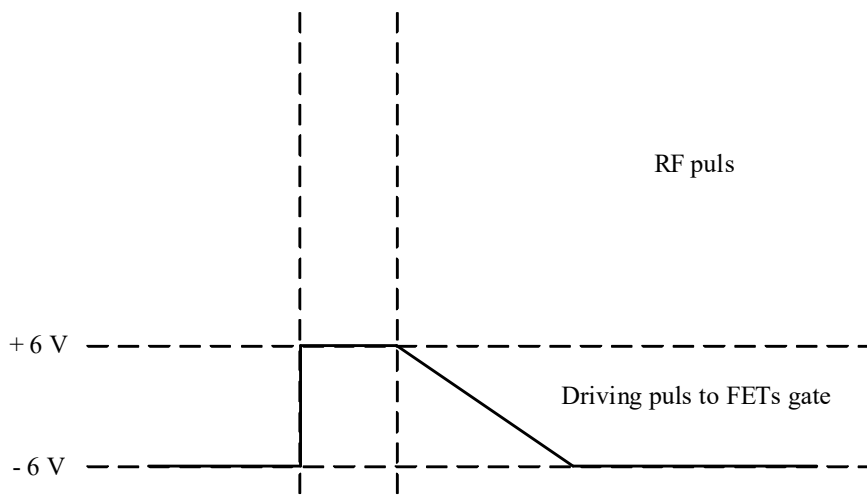
3.5 Obvod aktívneho tlmenia

Ako bolo popísané v kapitole 3.1 meracia sonda je v princípe rezonančný obvod s vysokým činiteľom akosti Q . Po vybudení (excitácii) vzorky nastáva vplyvom vysokého Q k pomerne dlhému doznievaniu (angl. ringing); po túto dobu nie je možné snímanie FIDu. Tento problém je možné riešiť obvodom aktívneho tlmenia.

Na aktívne tlmenie doznievania rezonančného obvodu môže byť použitý napr. MOSFET tranzistor v odporovom režime (obr. 3.6). Do hradla tranzistora je privádzané napätie podľa obr. 3.7. Počas excitácie meranej vzorky je MOSFET zopnutý a chráni predzosilňovač. Okamžite po skončení excitácie sa tranzistor správa ako riadený odpor, pričom odvedie reziduálnu energiu z rezonančného obvodu RF cievky a následne je tranzistor odpojený. Časovanie riadiaceho impulzu pre MOSFET rovnako ako riadenie jeho odporu musia byť presne odladené z dôvodu minimalizácie doby odpojenia. Tento obvod nebol v diplomovej práci prakticky zrealizovaný.



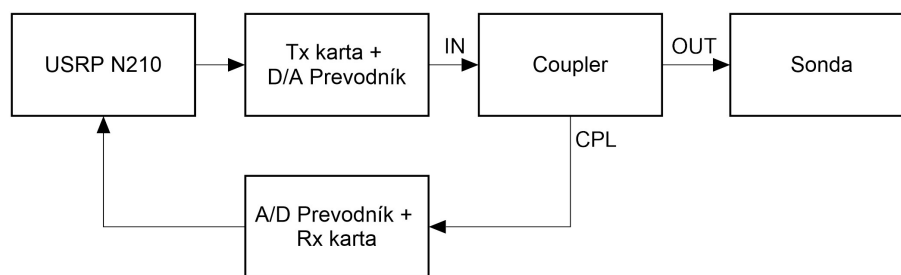
obr. 3.6 Zapojenie obvodu aktívneho tlmenia v NQR spektrometri



obr. 3.7 Časový priebeh napätia na hradle MOSFET tranzistora

3.6 Ladenie meracej sondy

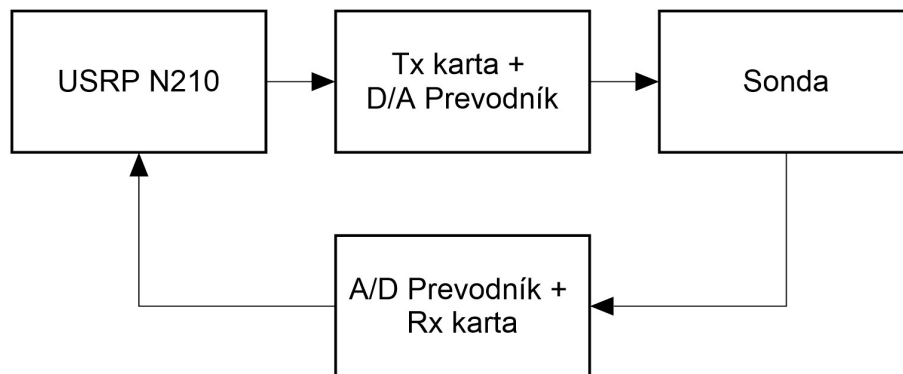
Pred samotným meraním vzoriek pomocou NQR spektroskopie musí byť meracia sonda naladená, dôvody sú popísané v kapitole 3.1 Prispôbenie a oddelenie obvodu. Na ladenie sondy je možné použiť napr. spektrálny analyzátor v móde return loss, alebo priamo zvolené USRP N210. Ladiť je potrebné dve veličiny – impedanciu (prispôbenie) a rezonančnú frekvenciu sondy. Pri ladení impedancie (obr. 3.8) je cieľom dosiahnuť impedanciu sondy blízku 50Ω , ktorú majú všetky ostatné komponenty v meracom obvode. Týmto sa minimalizuje odraz na vedení a zvýši sa zisk. Na tento typ merania je využívaná smerová odbočnica, tzv. coupler. Z USRP vychádza cez TX kartu a D/A prevodník priama vlna, ktorá prechádza cez coupler do sondy. Odrazená vlna sa cez coupler dostane na vstup A/D prevodníka RX karty a je vyhodnotená v USRP. Ladí sa na minimum odrazenej vlny.



obr. 3.8 Zapojenie pre ladenie prispôbenia meracej sondy

Pri ladení rezonančnej frekvencie (obr. 3.9) je z USRP cez TX kartu a D/A prevodník vyslaná priama vlna, pričom je snímané napätie na sonde. Pri rezonancii dochádza k prudkému zvýšeniu napätia, ktoré vyhodnocuje USRP pomocou A/D

prevodníka a RX karty. Pri tomto meraní je nevyhnutné použiť ochranné prvky, aby nedošlo k zničeniu RX karty.



obr. 3.9 Zapojenie pre ladenie rezonancie meracej sondy

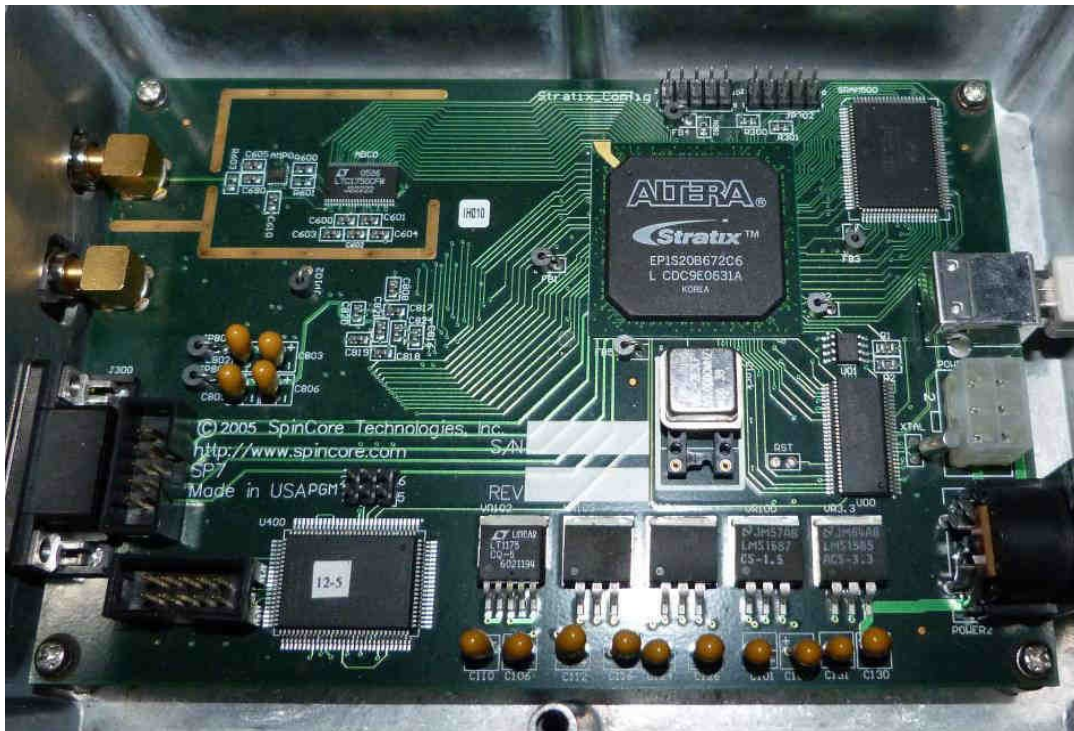
Pozn. Samotná prítomnosť vzorky mení naladenie sondy, preto sa odporúča ladiť sondu s vloženou vzorkou meranej látky.

4 KOMPONENTY NQR SPEKTROMETRA

Jedným z cieľov tejto semestrálnej práce je zoznámenie sa s hardvérovým vybavením experimentálneho NQR spektrometra UTEE. V nasledujúcich podkapitolách sú popísané jednotlivé časti meracieho pracoviska od USRP a nízkošumového napájacieho zdroja, cez použité zesilňovače až po smerové odbočnice (couplery) a spínače. V závere kapitoly sú uvedené informácie o použitých konektoroch a kabeláži.

4.1 USRP (Universal Software Radio Peripheral)

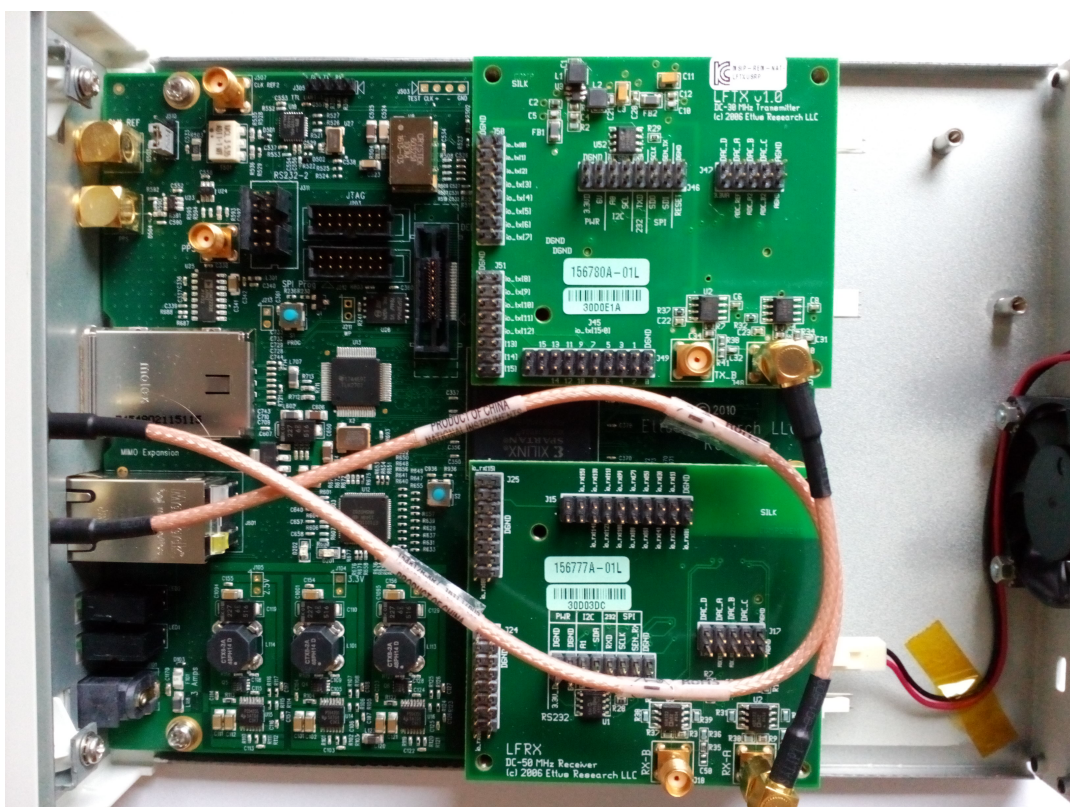
V pôvodnom zapojení spektrometra NQR bol použitý Radioprocessor® (obr. 4.1) vyrábaný spoločnosťou SpinCore, ktorý bol zapožičaný od firmy Prototypa, a. s. Ako náhrada vyššie uvedeného prístroja bol vybraný USRP (Universal Software Radio Peripheral), model N210 (obr. 4.2) od spoločnosti Ettus Research, ktorý má mimo iného možnosť pripojenia doplnkových kariet tzv. Daughterboards (obr. 4.3), ktoré sú stručne popísané v podkapitolách 4.1.1 až 4.1.4.



obr. 4.1 Pôvodný Radioprocessor® od firmy SpinCore



obr. 4.2 USRP N210 od firmy Ettus Research

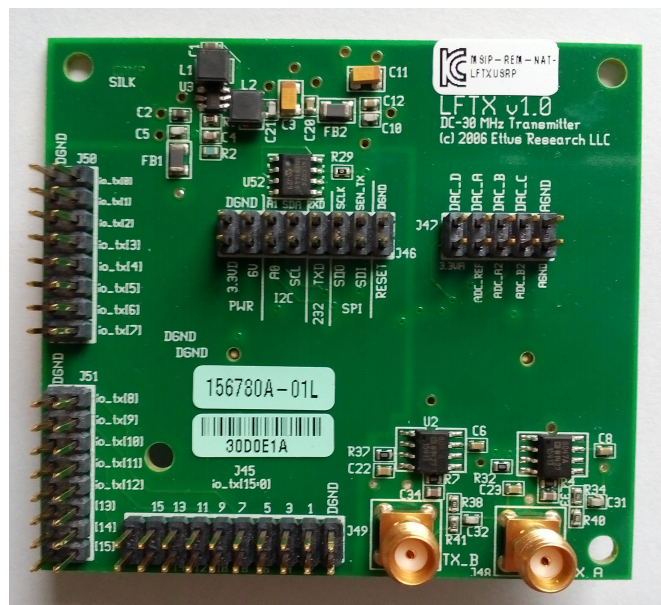


obr. 4.3 USRP N210 v zapojení s přídatnými kartami LFTX a LFRX

USRP N210 disponuje veľkou šírkou pásma a schopnosťou spracovať veľký dynamický rozsah. Architektúra produktu obsahuje: Xilinx® Spartan® 3A DSP 3400 FPGA, 100 MS/s duálny A/D prevodník, 400 MS/s duálny D/A prevodník a Gigabit Ethernet pre stream dát z hostiteľských procesorov. Modulárna konštrukcia umožňuje pracovať s frekvenciou od DC do 6 GHz, zatiaľ čo rozširujúci MIMO port umožňuje pridať viacero zariadení, ktoré môžu byť synchronizované a používané v konfigurácii MIMO. Voliteľný GPSDO modul môže byť tiež použitý ako referenčné hodiny s presnosťou 0,01 ppm celosvetovej normy GPS. USRP N210 môže prenášať až 50 MS/s medzi aplikáciami hostiteľa. Užívatelia môžu implementovať vlastné funkcie do FPGA, alebo do 32-bitového RISC procesora na doske. USRP N210 disponuje väčšou FPGA ako USRP N200 pre aplikácie vyžadujúce ďalšiu logiku, pamäť a DSP zdroje. FPGA tiež ponúka možnosť spracovávať až 100 MS/s v oboch smeroch. FPGA firmvér je možné preprogramovať cez rozhranie Gigabit Ethernet. Podrobnejšie informácie sú uvedené v katalógovom liste USRP N210, ktorý sa nachádza na webových stránkach výrobcu Ettus Research [7].

4.1.1 Prídavná karta LFTX 0-30 MHz

Prídavná karta LFTX (obr. 4.4) využíva dva vysokorychlostné operačné zosilňovače umožňujúce prenos signálu od 0 do 30 MHz. LFTX je ideálna pre použitie vo vysokofrekvenčnom pásme alebo pre aplikácie používajúce externé porty pre konverziu nahor a zosilnenie prechádzajúceho signálu. Výstupy z LFTX možno spracovať samostatne, alebo ako jeden I/Q pár. Príklady aplikácie zahŕňajú HF komunikáciu, rádio s externým výstupom a priame generovanie signálov pod 30 MHz. Ďalšie informácie je možné nájsť na stránkach výrobcu Ettus Research [9].



obr. 4.4 Prídavná karta LFTX Daughterboard

4.1.2 Prídavná karta BasicTX 1-250 MHz

BasicTX (obr. 4.5) je prídavná karta, ktorá má schopnosť prenosu z USRP v rozsahu od 1 do 250 MHz. Používa dva širokopásmové transformátory, ktoré prispôbujú výstup duálneho D/A prevodníka na 50 Ω SMA konektory.

Veľká šírka pásma BasicTX karty umožňuje USRP pracovať v režime podvzorkovania, keď je požadovaná výstupná frekvencia mimo vzorkovaciu frekvenciu prevodníka USRP. Každý výstup môže byť prevádzkovaný nezávisle na sebe alebo v kombinácii ako jeden I/Q pár. V režime podvzorkovania je potrebné použiť vhodné filtrovanie. Ďalšie informácie sú uvedené na stránkach výrobcu Ettus Research [8].

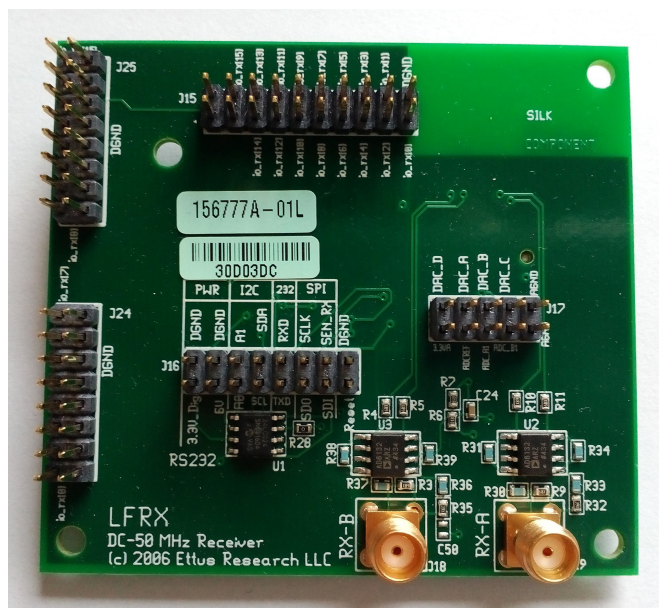


obr. 4.5 Prídavná karta BasicTX Daughterboard

4.1.3 Prídavná karta LFRX 0-30 MHz

LFRX (obr. 4.6) je prídavná karta, ktorá poskytuje priamy prístup k vstupom A/D prevodníka. Môže prijímať signály v reálnom móde alebo kvadrátne signály od 0 do 30 MHz. LFRX je ideálna pre aplikácie s využitím externej prednej časti, kde poskytuje relatívne čisté signály v prevádzkyschopnej šírke pásma. Širokopásmové transformátory viažu každý RF vstup do jedného kanála A/D prevodníka USRP zariadenia. Signály vzorkované v A/D prevodníku sú spracovávané v FPGA pričom môžu byť spracované ako dva samostatné signály alebo ako jeden I/Q pár [11].

LFRX neobsahuje lokálny oscilátor alebo DDC (Digital Down Converter). Je možné použiť metódy podvzorkovania pre príjem vyššej frekvencie. V tomto prípade musí používateľ zabezpečiť filtráciu signálu, aby sa zabránilo aliasingu nežiadúcich signálov. Ďalšie informácie je možné nájsť na stránkach výrobcu Ettus Research [11].

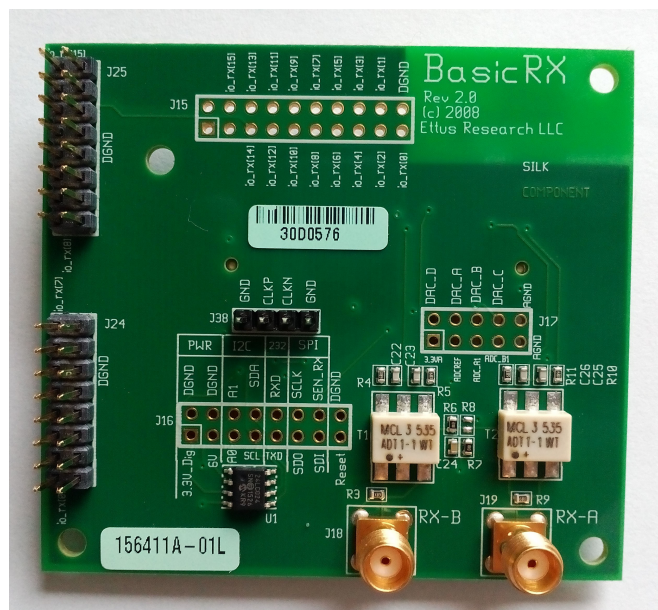


obr. 4.6 Prídavná karta LFRX Daughterboard

4.1.4 Prídavná karta BasicRX 1-250 MHz

BasicRX (obr. 4.7) je prídavná karta, ktorá poskytuje priamy prístup k vstupom A/D prevodníka. Doska môže prijímať signály od 1 do 250 MHz. Je ideálna pre aplikácie s využitím externej prednej časti, kde poskytuje čisté signály v prevádzkyschopnej šírke pásma. Širokopásmové transformátory viažu každý RF vstup do jedného kanála A/D prevodníka USRP zariadenia. Signály vzorkované v A/D prevodníku sú spracovávané v FPGA pričom môžu byť spracované ako dva samostatné signály alebo ako jeden I/Q pár [10].

BasicRX rovnako ako LFRX neobsahuje lokálny oscilátor alebo DDC (Digital Down Converter). Je možné použiť metódy podvzorkovania pre príjem vyššej frekvencie. V tomto prípade musí používateľ zabezpečiť filtráciu signálu, aby sa zabránilo aliasingu nežiadúcich signálov. Ďalšie informácie je možné nájsť na stránkach výrobcu Ettus Research [10].



obr. 4.7 Prídavná karta BasicRX Daughterboard

4.2 Nízkošumový napájací zdroj

Jednou zo základných požiadaviek pre správnu funkciu NQR spektrometra je zabezpečenie kvalitného napájacieho zdroja. Spínané alebo lineárne zdroje napájané zo siete 50 Hz neposkytujú dostatočne vyhladené napätie bez kolísania a šumu, ktoré sa prejavujú v meraní. Po overení vplyvu spínaného alebo lineárneho zdroja na výsledky merania sme sa rozhodli použiť ako napájací zdroj akumulátory s dostatočnou kapacitou, ktoré budú počas merania dodávať elektrickú energiu do zosilňovačov a USRP bez napájania zo siete. Kapacita akumulátorov postačuje na napájanie NQR spektrometra po dobu približne jednej hodiny. Po ukončení merania sa prístroj prepne do módu nabíjania.

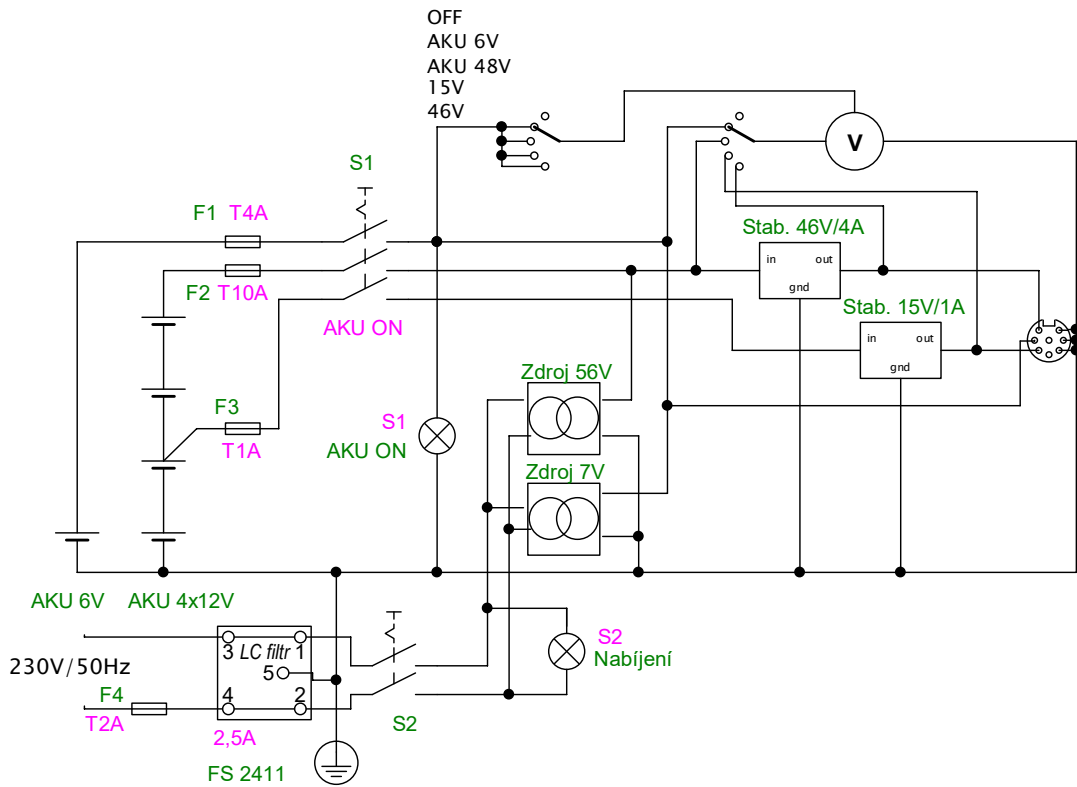
Ide o akumulátorový DC zdroj s tromi hladinami výstupného napätia 46V/4A, 15V/1A a 6V/4A. Celkové zapojenie zobrazuje obr. 4.8. Primárnym zdrojom sú olovené akumulátory 1x 6V/12Ah a 4x 12V/9Ah, ktoré sú dobíjané spínanými zdrojmi (S1 ON, S2 ON) v dobe, kedy neprebíha meranie NQR. Počas merania je spektrometer napájaný bez šumu z akumulátorov cez lineárne stabilizátory (S1 ON, S2 OFF).

Výstup 6V je určený pre napájanie USRP N210 ide o priamy výstup z akumulátora 6V s obmedzením poistkou F1 (T4A). Z tohto výstupu je taktiež napájaný digitálny panelový voltmeter.

Výstup 15V je určený pre napájanie analógových komponent NQR spektrometra (nízkošumové VF predzosilňovače a relé prepínač). Je odvodený z 24V vývodu dvoch akumulátorov zapojených do série a stabilizovaný na 15V integrovaným lineárnym

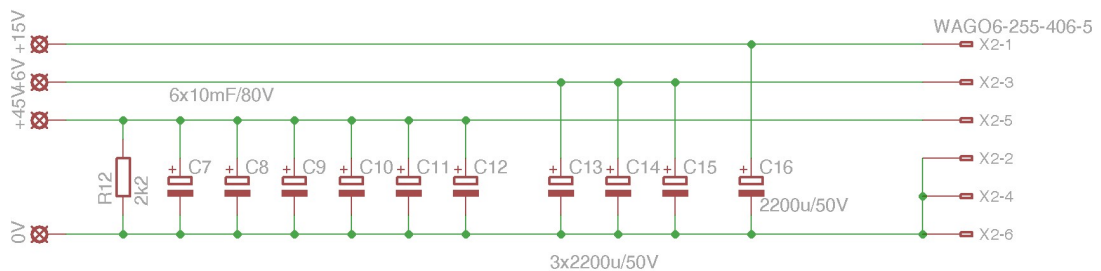
stabilizátorom 7815. Výstupný prúd je elektronicky obmedzený na 1A.

Výstup 46V je určený pre napájanie VF výkonového zosilňovača TOMCO BTM00250-AlphaSA. Je odvodený z 48V vývodu štyroch akumulátorov zapojených do série a stabilizovaný lineárnym zdrojom s elektronickým obmedzením prúdu na 4A. Dôvodom stabilizácie je obmedzenie maximálneho povoleného napätia VF výkonového zosilňovača TOMCO na 50V, pričom plne nabité akumulátory toto napätie prekračujú.

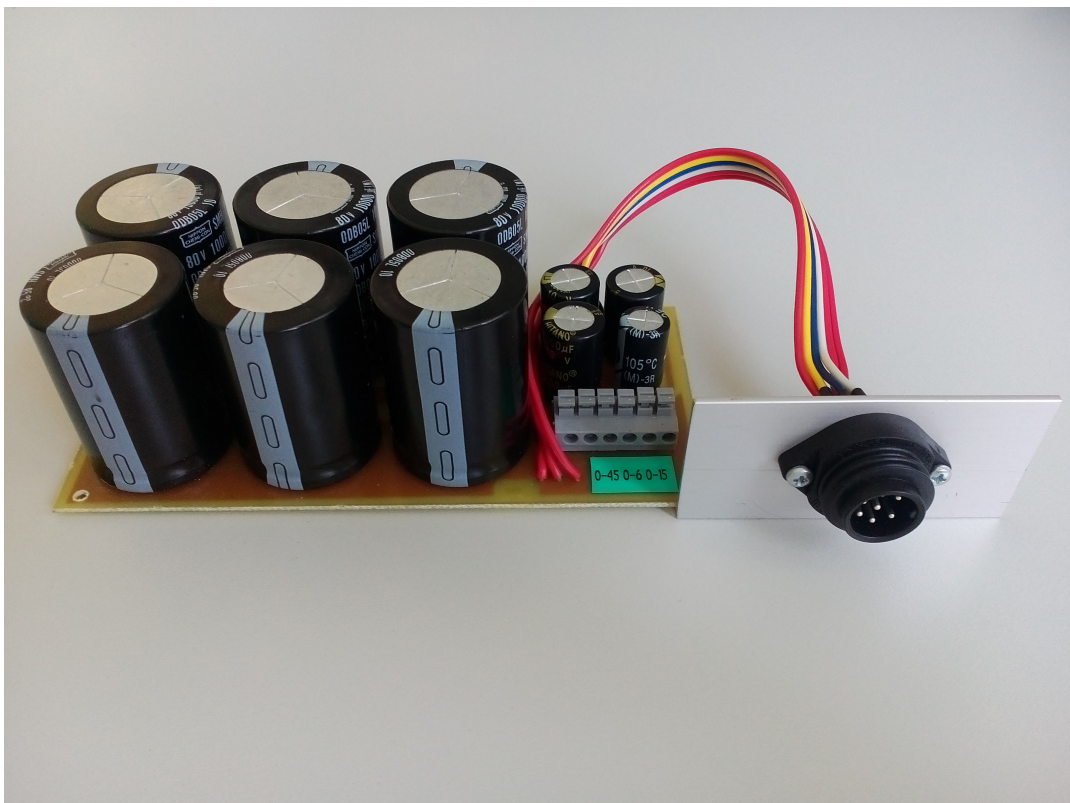


obr. 4.8 Celkové zapojenie akumulátorového napájacieho zdroja

S ohľadom na veľký impulzný prúd odoberaný VF zosilňovačom je v napájacej ceste v blízkosti miesta odberu zapojená banka kondenzátorov (obr. 4.10), ktorej zapojenie je na obr. 4.9. Prepojenie skrinky zdroja so spektrometrom je cez 1,5 m kábel osadený 7-pinovými priemyselnými konektormi Amphenol.

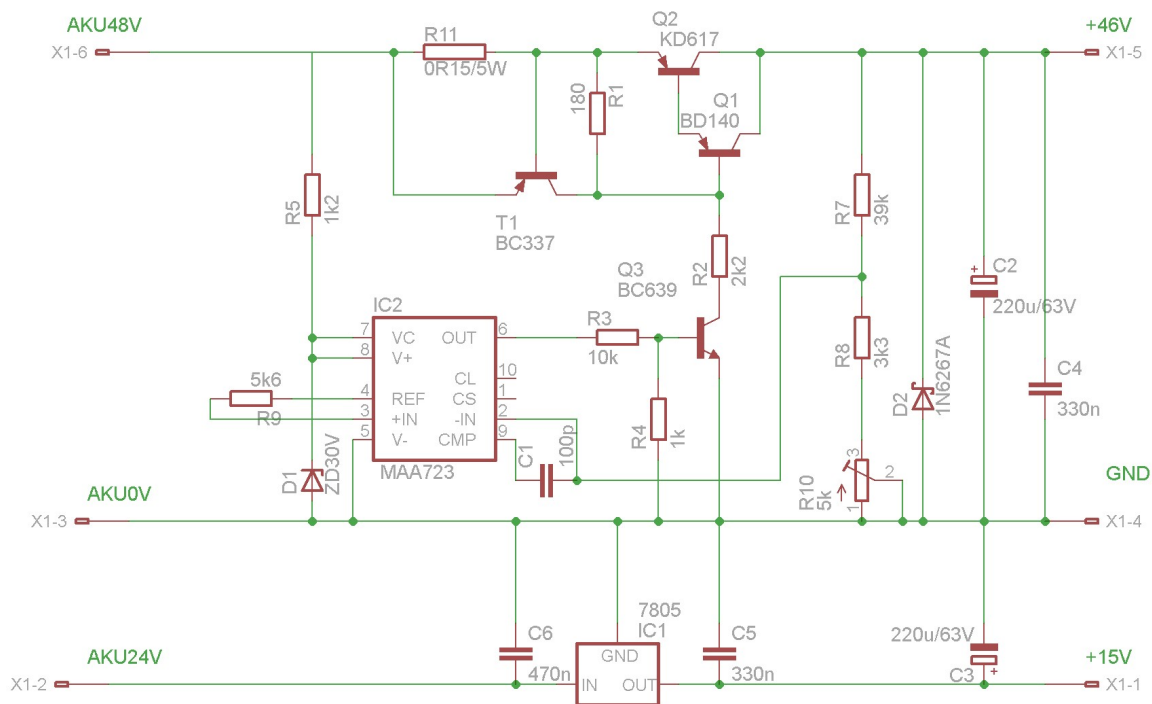


obr. 4.9 Zapojenie pomocnej banky kondenzátorov



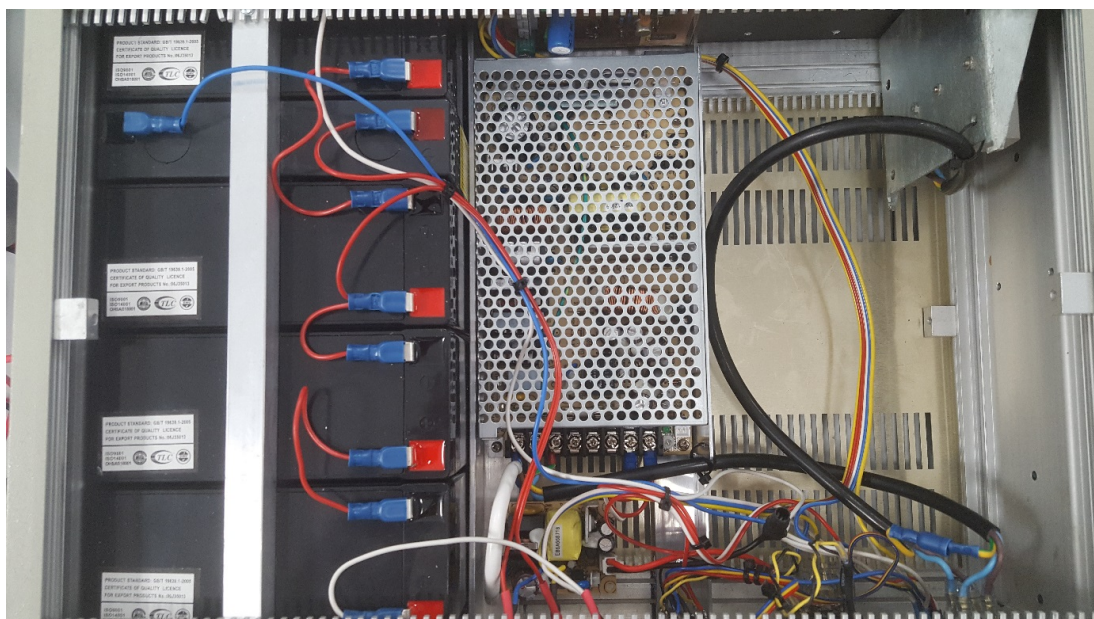
obr. 4.10 Zrealizovaná banka kondenzátorov

Zapojenie lineárneho stabilizátora 46V/4A a 15V/1A zobrazuje obr. 4.11.



obr. 4.11 Lineárny stabilizátor 46V/4A a 15V/1A

Na obr. 4.12 a obr. 4.13 je zobrazený realizovaný napájecí zdroj a stabilizovaný napájecí zdroj 40V/10A používaný na kontinuální mód výkonového zesilovače.



obr. 4.12 Realizovaný akumulátorový napájecí zdroj



obr. 4.13 Hore realizovaný akumulátorový napájecí zdroj, dole stabilizovaný zdroj 40V/10A používaný na kontinuální mód výkonového zesilovače.

4.3 Výkonový zosilňovač

Pre výkonové zosilnenie budiacich impulzov je využitý zosilňovač austrálskej firmy TOMCO, model BTM00250-AlphaS (obr. 4.14), ktorý pracuje v pásme 500 kHz - 30 MHz. Pri vstupnom výkone 0 dBm (1 mW) dodáva do výstupu v impulznom režime až 250 W, v kontinuálnom režime je schopný dodávať signál s výkonom 50 W. Režim zosilňovača sa volí napájacím napätím, pre impulzný režim je to max. 50 V, pre kontinuálny režim je napájacie napätie max. 28 V. Signál je privádzaný do vstupu RF IN a zosilnený signál odoberáme z výstupu RF OUT [12].

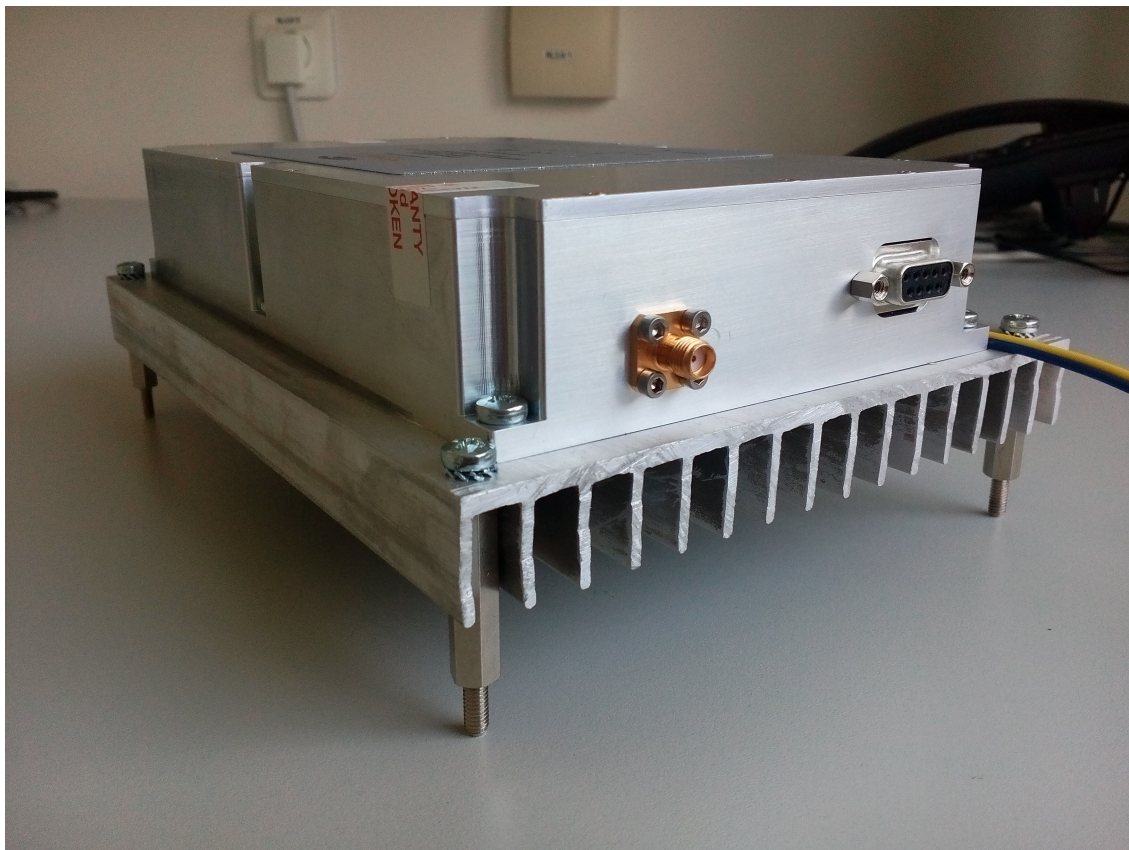
Výrobca uvádza, že tento lineárny zosilňovač je schopný bez problémov dodávať do záťaže oveľa viac energie ako je uvedený nominálny výstupný výkon. Zosilňovač je navrhnutý tak, aby vstupný výkon 0 dBm postačoval pre plný nominálny výkon pri akejkoľvek frekvencii v rozsahu zosilňovača. Pri použití vyššieho vstupného výkonu ako 0 dBm sa zosilňovač dostáva do saturácie pričom do záťaže je dodávaný vyšší výkon. Maximálna bezpečná úroveň prebudenia vstupu je +10 dBm (10 mW) [12].



obr. 4.14 Výkonový RF zosilňovač TOMCO BTM00250-AlphaS

Pri svojej činnosti výkonový zosilňovač generuje značné množstvo tepla, ktoré je nutné odvádzať do okolia dostatočne nadimenzovaným chladičom a v prípade potreby nútenou cirkuláciou vzduchu pomocou ventilátoru. Pre potreby NQR spektrometra

v impulznom móde postačuje pripojený pasívny chladič vid' (obr. 4.15). Zosilňovač disponuje taktiež vnútornou ochranou proti prehriatiu nad 70 °C, ktorá vypnutím zosilňovača zabráni zničeniu vplyvom vysokej teploty. Ochrana sa následne vypne, ak teplota poklesne pod 60 °C. Samozrejmosťou je taktiež ochrana proti opačnej polarite napájacieho napätia, ktorá v najhoršom prípade zareaguje vypálením vnútornej poistky v zosilňovači [12].



obr. 4.15 Pasívny chladič umiestnený na zosilňovači TOMCO

4.4 Nízkošumový zosilňovač

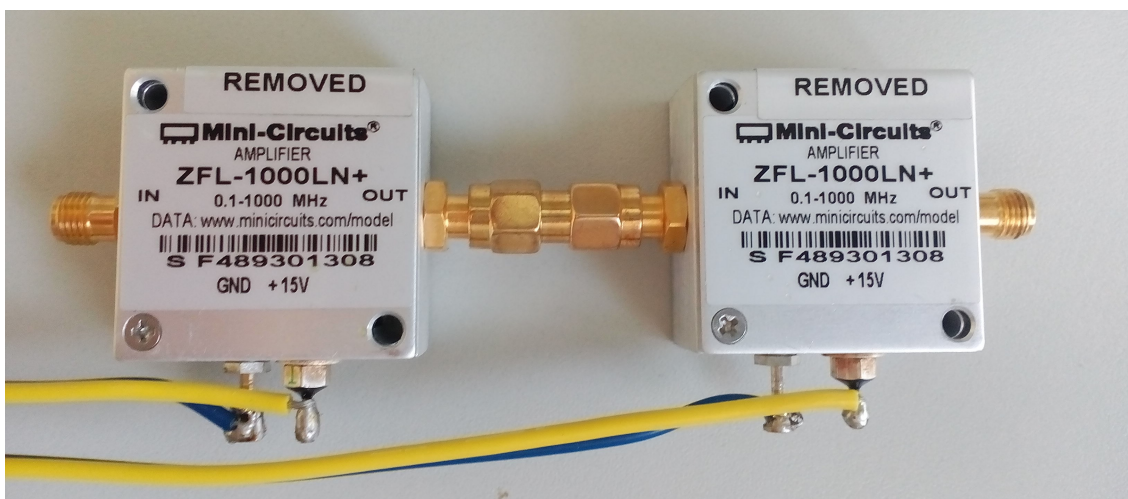
Požiadavky na predzosilňovač sú veľmi vysoké, podľa Friisovho vzorca pre šum musí disponovať prvý zosilňovač v kaskáde najlepšimi parametrami. Medzi najdôležitejšie hodnoty patrí šumové číslo, ktoré podľa teoretických poznatkov naberá hodnôt väčších ako 0. Na trhu je v súčasnej dobe niekoľko zosilňovačov s veľmi malým šumovým číslom (cca 0,5 dB), ale tieto predzosilňovače disponujú malým ziskom. Pre NQR aplikáciu je pri použití jedného zosilňovača nutný zisk aspoň 40 dB.

Najvhodnejším zosilňovačom pre potreby NQR spektroskopie je MITEQ AU-1647 (obr. 4.16). Tento zosilňovač disponuje šumovým číslom 1,4 dB a poskytuje zisk až 57 dB [13]. V pôvodnom zapojení boli použité dva zosilňovače v kaskádovom zapojení

od firmy Mini-Circuits s typovým označením ZFL-1000LN+ (obr. 4.17) so šumovým číslom 2,9 a napäťovým ziskom 20 dB [14].



obr. 4.16 Nízkošumový zosilňovač MITEQ AU-1647



obr. 4.17 Dvojica zosilňovačov ZFL-1000LN+ v kaskádovom zapojení

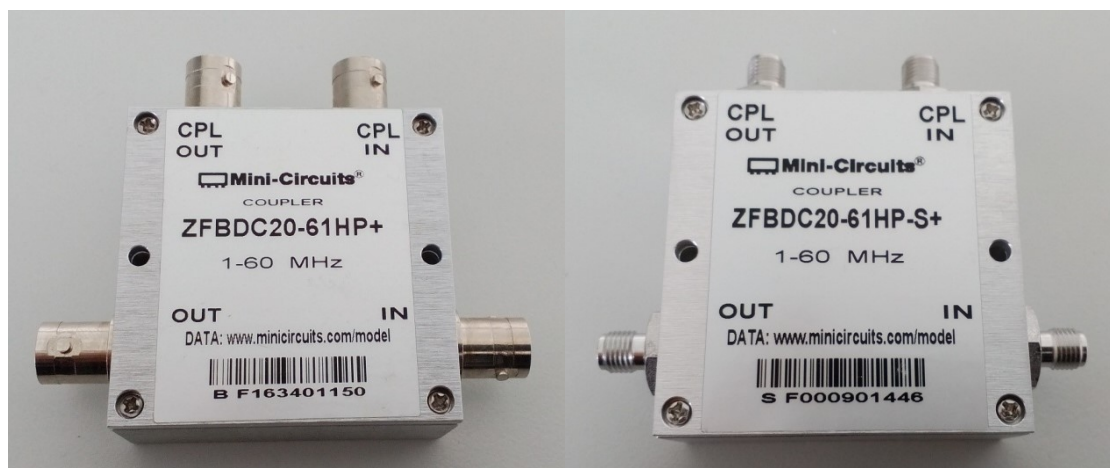
4.5 Smerová odbočnica

Pre zistenie kvality naladenia obvodu, resp. prispôsobenia je používaná smerová odbočnica, dnes už so zaužívaným názvom coupler. Pre potreby NQR spektroskopie bolo zakúpených niekoľko couplerov, napr. Directional coupler ZFDC-15-6-S+ (obr. 4.18), použiteľný v pásme 0,03 - 35 MHz, útlm hlavného vedenia 0,2 dB, smerovosť 35 dB. Coupler disponuje vnútorným zakončením 50 Ω a vývodmi SMA [15].



obr. 4.18 Directional coupler ZFDC-15-6 od firmy Mini-Circuits

Ďalšou možnosťou sú couplery ZFBDC20-61HP+ s konektormi BNC (obr. 4.19 vľavo), prípadne ZFBDC2061HP-S+ s konektormi SMA (obr. 4.19 vpravo). Ide o jeden model v dvoch rôznych prevedeniach, je použiteľný v rozsahu 1 - 60 MHz, útlm hlavného vedenia 0,1 dB, smerovosť 30 dB. Coupler disponuje vnútorným zakončením 50 Ω [16].



obr. 4.19 Couplery ZFBDC20-61HP v prevedení BNC (vľavo) a SMA (vpravo)

4.6 VF reléový spínač

Na prepínanie obvodového zapojenia medzi meraním NQR a ladením sondy je použitý VF reléový spínač MTS-18-12B+ od firmy Mini-Circuits (obr. 4.20). Medzi jeho výhody patria nízke prechodové straty (0,2 dB), vysoký izolačný odpor (85 dB) a možnosť použitia do výkonu 10 W. Pri napätí 0 V sú spojené porty J1-J3 a J2-J4, po zopnutí 12 V napätím sú spojené porty J1-J2 a J3-J4. Spínací impulz (5 V) pochádza z USRP a je vygenerovaný softvérom pri zapnutí módu ladenia sondy. Nakoľko 5 V nepostačuje na zopnutie relé, bol použitý jednoduchý tranzistorový spínač napájaný z 15 V výstupu akumulátorového napájacieho zdroja. Ďalšie informácie je možné nájsť v katalógovom liste na stránkach výrobcu Mini-Circuits [17].



obr. 4.20 VF reléový spínač MTS-18-12B+ od firmy Mini-Circuits

4.7 Meracie sondy

V pôvodnom zapojení NQR spektrometra boli použité tri meracie sondy zhotovené vo firme Prototypa, a. s., ktorá je ich vlastníkom. Pre meranie spektra vybraných látok (tab. 4.1) boli použité sondy konštruované a ladené na rôzne rezonančné frekvencie - 3,5 MHz (obr. 4.21), 5 MHz (obr. 4.22) a 28 MHz (obr. 4.23).



obr. 4.21 Meracia sonda ladená na frekvenciu 3,5 MHz



obr. 4.22 Meracia sonda ladená na frekvenciu 5 MHz



obr. 4.23 Meracia sonda ladená na frekvenciu 28 MHz

tab. 4.1 Prehľad zlúčenín detekovateľných NQR spektrometrom.

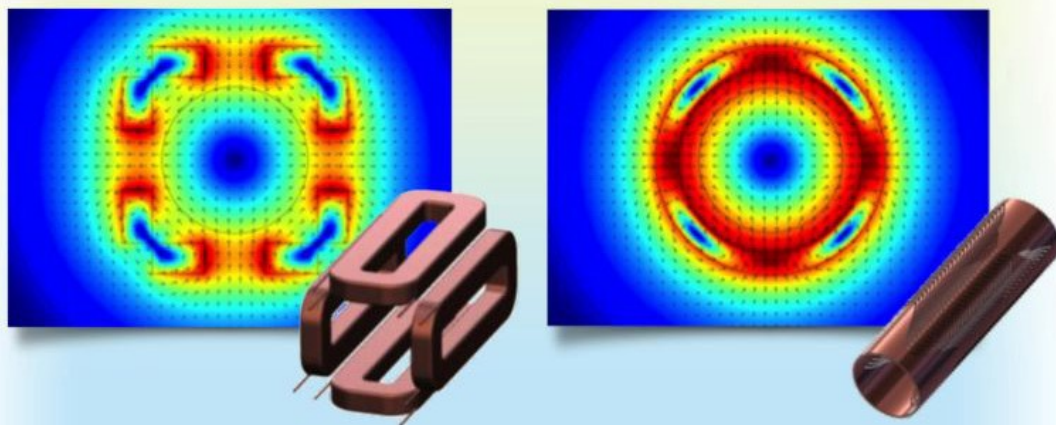
| Názov | Chemický vzorec | Rezonančná frekvencia |
|--|---|-----------------------|
| Chlorečnan draselný (Bertholletova soľ) | KClO ₃ | 28,09 MHz |
| Chlorečnan sodný (Travex) | NaClO ₃ | 29,93 MHz |
| Dusitan sodný | NaNO ₂ | 3,6 a 4,64 MHz |
| Hexogén (RDX) | (CH ₂ -N-NO ₂) ₃ | 3,41 a 5,192 MHz |
| Oktoogén (HMX) | C ₄ H ₈ N ₈ O ₈ | 3,5 a 5 MHz |
| Pentrit (PETN) | C(CH ₂ ONO ₂) ₄ | 1 MHz |

V tejto oblasti je možná optimalizácia vo forme návrhu, simulácie a realizácie novej meracej cievky, vhodná by bola širokopásmová cievka s frekvenčným rozsahom <1 - 30 MHz, ktorá postačuje na meranie väčšiny látok identifikovateľných pomocou NQR spektroskopie. Optimalizácia meracej cievky nie je v tejto práci realizovaná, bol vykonaný iba základný teoretický rozbor problému, pričom bolo poukázané, že sú dostupné možnosti vylepšenia úžitkových parametrov NQR spektrometra.

Jedna z možných ciest je cievka typu Double-HelixTM (ďalej len DH), ktorá bola vyvinutá a patentovaná spoločnosťou AML v roku 2005. Vďaka presnému nakláňaniu alebo modulácii vinutia solenoidu poskytuje DH prakticky neobmedzené možnosti pri navrhovaní žiadaných magnetických polí. Táto technológia je radikálnym odklonom od konvenčných konfigurácií cievok pričom zmenila výkonové štandardy pre dizajn magnetického poľa [24].

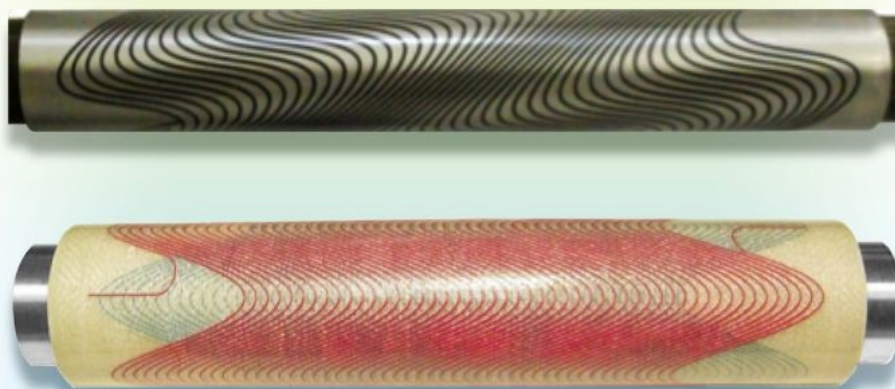
Cievky DH pozostávajú z dvoch navíjacích rovín naklonených solenoidov. Zmenou uhlov naklonenia, počtom vrstiev navíjania a moduláciou drôtov v rámci vrstvy môžu byť cievky navrhnuté tak, aby poskytovali čisté magnetické polia (obr. 4.24).

Najjednoduchšia forma DH je uvedená na obr. 4.25. V tejto konfigurácii vinutie v prvej vrstve vytvára dipólovú a axiálnu (alebo solenoidálnu) zložku poľa. Druhá vrstva tiež vytvára dipólovú zložku poľa a komponent axiálneho poľa je v opačnom smere. Pri kombinácii dvojice takýchto vinutí s protíahlými uhlami naklonenia, dôjde k vyrušeniu axiálneho komponentu poľa, pričom dipólová zložka zostáva a podieľa sa na vytvorení čistého dipólového poľa [24].



obr. 4.24 Vľavo magnetické pole sedlovej cievky, vpravo pole cievky Double-Helix™, prevzaté z [24]

Reverzáciou prúdu v druhej vrstve vinutia je dipólová zložka poľa v opačnom smere v porovnaní s prvou vrstvou. Komponenty priečného poľa sa teraz rušia a axiálne komponenty sa teraz sčítajú, aby vytvorili čisté pole solenoidu [24].



obr. 4.25 Double-Helix™ cievka, prevzaté z [24]

DH nie je obmedzená na konfiguráciu pólov. Je možné získať akýkoľvek počet multipólových polí vyššieho rádu, ako sú kvadrupóly alebo sextupóly pomocou sínusovej modulácie axiálnej polohy navíjania. Modulácia vinutia je nezávislá na geometrii, okolo ktorej sú vinutia smerované. Táto funkcia poskytuje pozoruhodnú flexibilitu pri vinutí Double-Helix™ a súčasne získava veľmi dobre definované a vysoko kvalitné pole. DH rovnako nie je obmedzená ani geometriou, platí pre rovný, ohnutý, skrútený alebo iný požadovaný geometrický tvar s prakticky neobmedzenou dĺžkou. Schopnosť vytvoriť takmer akýkoľvek tvar umožňuje nové využitie a integráciu cievky [24].

4.8 Použité konektory a kabeláž

Nakoľko merania NQR spektroskopie sa pohybujú v jednotkách až desiatkach MHz, je potrebné použiť správne vysokofrekvenčné konektory a kabeláž. Ako vhodný a cenovo dostupný koaxiálny kábel bol zvolený RG-58 s impedanciou 50Ω , kapacitou 100 pF/m a útlmom $5,6 \text{ dB/m}$ pri frekvencii 1 GHz [18].

Čo sa týka konektorov, pre potreby NQR spektroskopie sú vhodné BNC, SMA alebo N konektory (obr. 4.26).

BNC konektor je vysokofrekvenčný konektor pre miniatúrne koaxiálne káble (napr. RG-58, 59, až RG-179, RG-316) s možnosťou veľmi rýchleho pripojenia a odpojenia. Konektory BNC sa vyrábajú s impedanciou 50 a 75Ω a obvykle sa používajú pre napätie do 500 V a frekvencie do 4 GHz . Ďalšie parametre a údaje možno nájsť v literatúre [19].

SMA konektor je akronymom pre sub-miniatúrnu verziu A konektora. Má impedanciu 50Ω a pracuje až do frekvencie 18 GHz . Ďalšie parametre a údaje možno nájsť v literatúre [20].

N konektor patrí medzi robustné vysokofrekvenčné konektory s impedanciou 50Ω schopnosťou pracovať až do 18 GHz . Ďalšie parametre a údaje možno nájsť v literatúre [21].

Z dôvodu obmedzenia vysokofrekvenčného rušenia boli v obvode použité feritové filtre FEC 6,5. Tieto filtre predstavujú pre vysokofrekvenčný signály rôznu impedanciu, pre 50 MHz je to cca 225Ω , pre 500 MHz je to cca 400Ω .



obr. 4.26 Zľava konektory typu N, BNC a SMA, vpravo feritová perla FEC 6,5

5 PROGRAMOVÁ PODPORA

Táto kapitola sa venuje stručnému popisu zrealizovaného softvéru, ktorý umožňuje automatizované meranie a vyhodnocovanie spektier pomocou pripojeného PC.

5.1 Vývojové prostredie

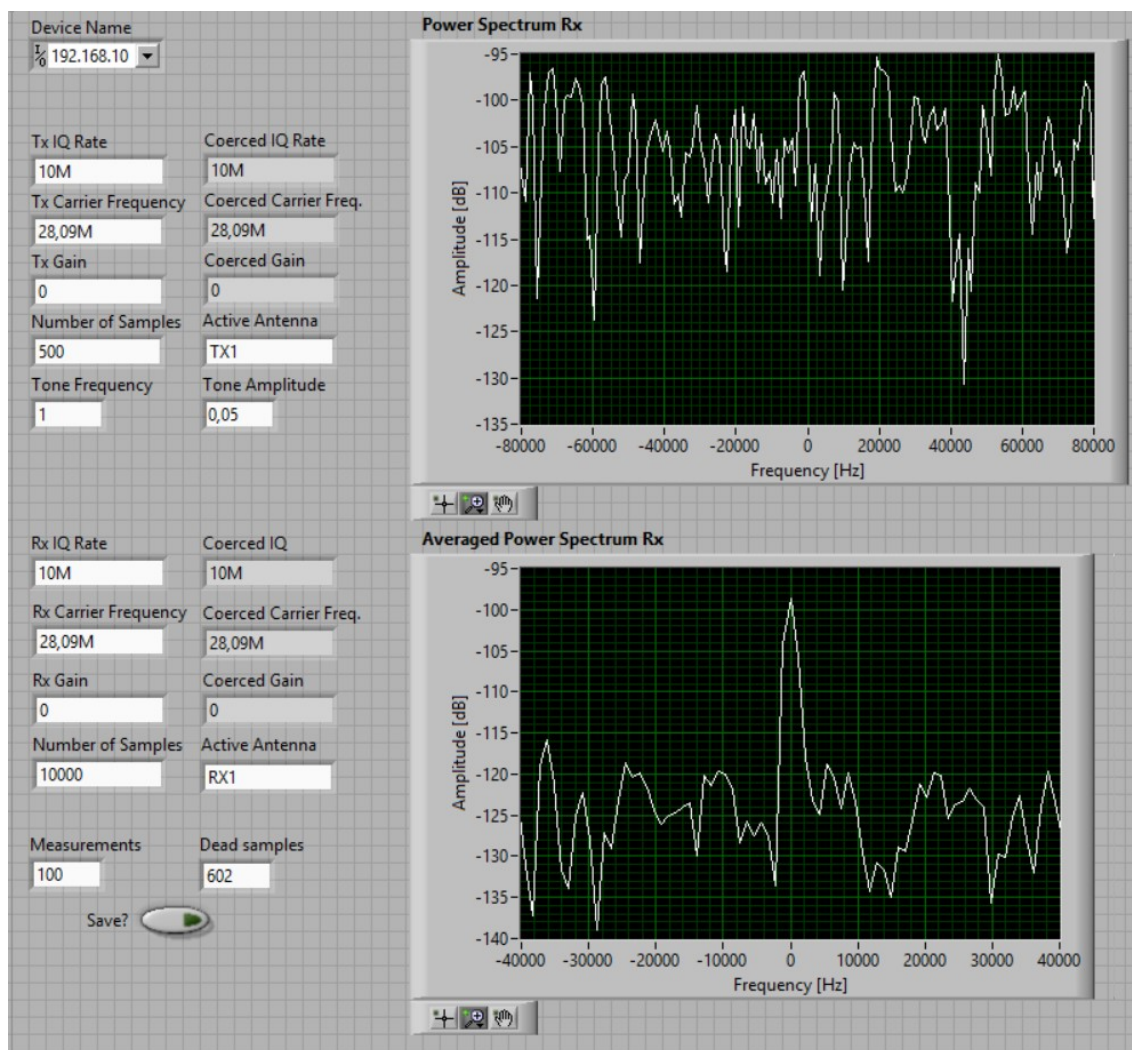
Program na analýzu vzoriek pomocou NQR spektroskopie je vytvorený vo vývojovom prostredí LabVIEW 2013 od National Instruments. Výber vývojového prostredia je odôvodnený dostupnosťou ovládačov a priamou podporou USRP N210 spoločnosti Ettus Research.

Balík súborov je dostupný zdarma po prihlásení užívateľa na webových stránkach National Instruments, pričom balík obsahuje okrem ovládačov aj funkčné príklady jednotlivých funkcií, ktoré je možné pomocou USRP realizovať a taktiež rozsiahlu a podrobnú užívateľskú príručku.

5.2 Meranie NQR spektra

Realizovaný program pracuje na rovnakom princípe, ako popisuje kapitola 2, t. j. v prvom kroku prebieha vysielanie sínusového budiaceho impulzu so zvolenou frekvenciou po dobu stanovenú užívateľom. Po úspešnom vyslaní signálu a vybudení vzorky program čaká po dobu nastaviteľnú pred spustením programu. Ide o tzv. dead time, ktorý slúži na ustálenie prechodových javov v meracom obvode, jeho hodnota býva v stovkách μs . Nasleduje snímanie FID signálu po dobu stanovenú užívateľom. Na základe počtu zvolených meraní sa cyklus opakuje.

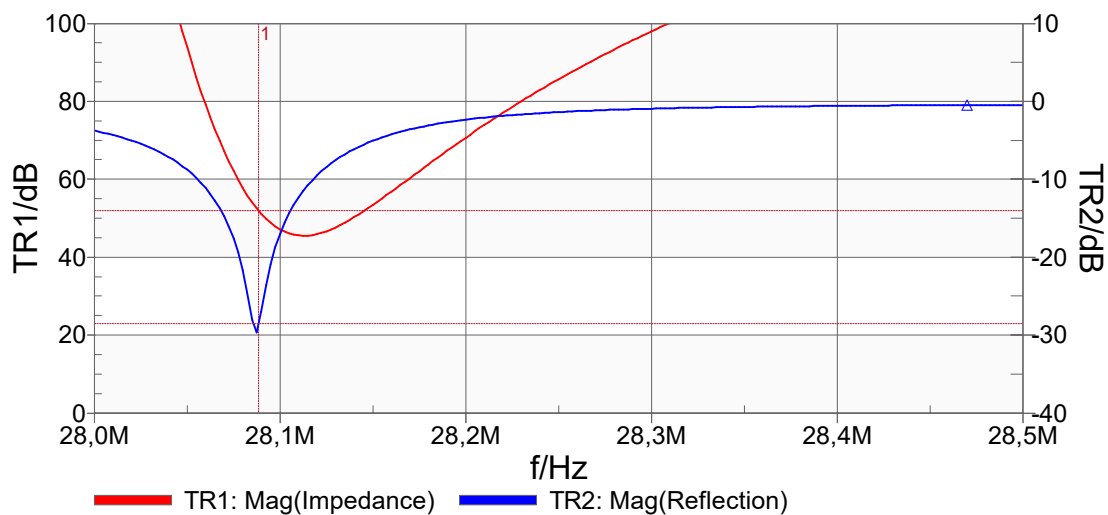
Zosnímaný FID signál je možné v programe zobrazit' v čase alebo vo frekvenčnom spektre, samozrejmosťou je aj zápis nameraných dát do súboru. Vzhľad ovládacieho panelu zobrazuje obr. 5.1 a zdrojový kód programu je uvedený v prílohe.



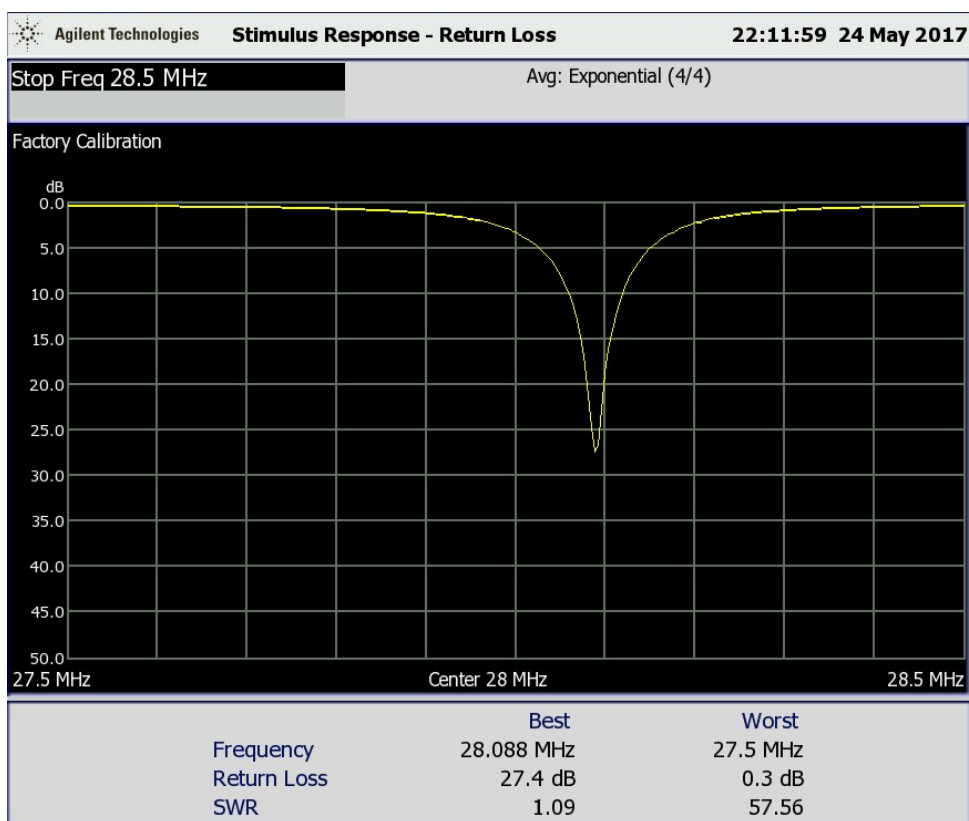
obr. 5.1 Ovládací panel programu NQR spektrometra

5.3 Ladenie sondy

V kapitole 3.6 bolo popísané zapojenie umožňujúce ladenie sondy v dvoch krokoch pomocou USRP N210. Mód programu, ktorý umožňuje ladenie nebolo možné v stanovenom termíne dokončiť. obr. 5.2 zobrazuje ladenie sondy na frekvenciu 28,09 MHz, kde sa dá očakávať NQR odozva chlorečnanu draselného (KClO_3), pomocou Bode analyzátora, na obr. 5.3 je ladenie sondy pomocou spektrálneho analyzátora Agilent N1996A v móde return loss. Následne po naladení sondy nasledovalo meranie, ktoré popisuje nasledujúca kapitola.



obr. 5.2 Ladenie sondy na frekvenciu 28,09 MHz (KClO₃) pomocou Bode analyzátora



obr. 5.3 Ladenie sondy na frekvenciu 28,09 MHz (KClO₃) pomocou spektrálneho analyzátora Agilent N1996A v móde return loss

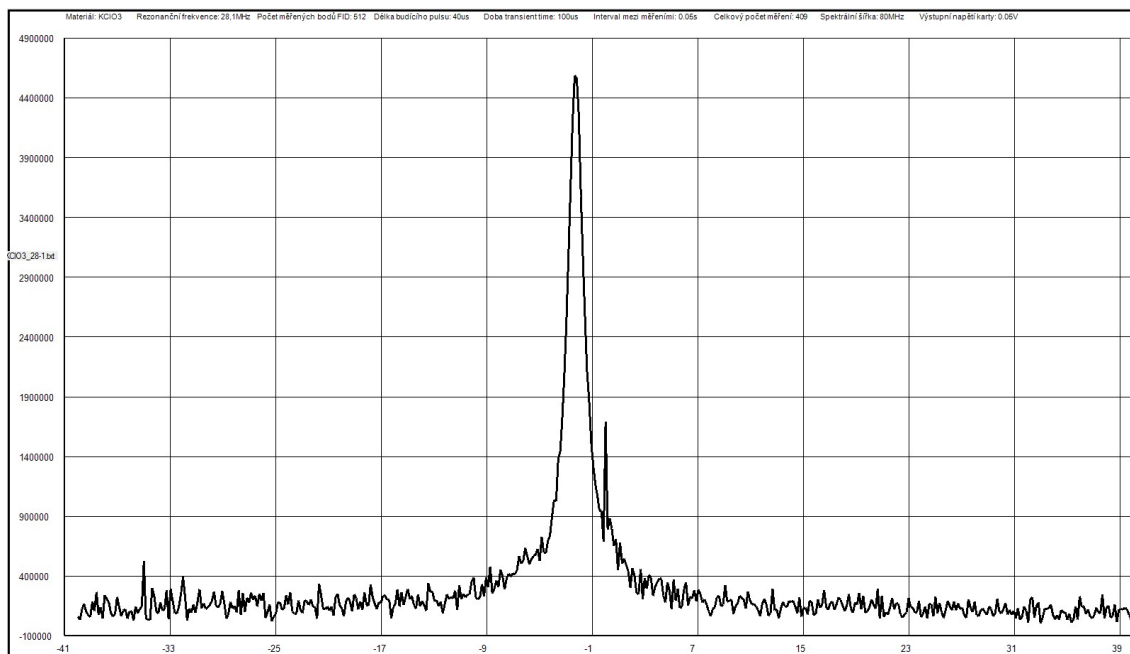
6 MERANIE VZORIEK

Na otestovanie správnej funkcie optimalizovaného NQR spektrometra boli z predložených vzoriek zvolené zlúčeniny chlorečnan draselný (KClO_3) s predpokladanou NQR odozvou na frekvencii 28,09 MHz a chlorečnan sodný (NaClO_3) s predpokladanou NQR odozvou na frekvencii 29,93 MHz. Obe látky majú spomedzi predložených vzoriek najsilnejšiu odozvu.

Meranie KClO_3 bolo vykonané s týmto nastavením:

- budiaci impulz 40 μs ;
- mŕtva doba 100 μs ;
- doba snímania FID-u 5ms;
- spektrálna šírka 80 kHz;
- počet opakovaní 1000;

obr. 6.1 zobrazuje výsledné NQR spektrum meranej vzorky.

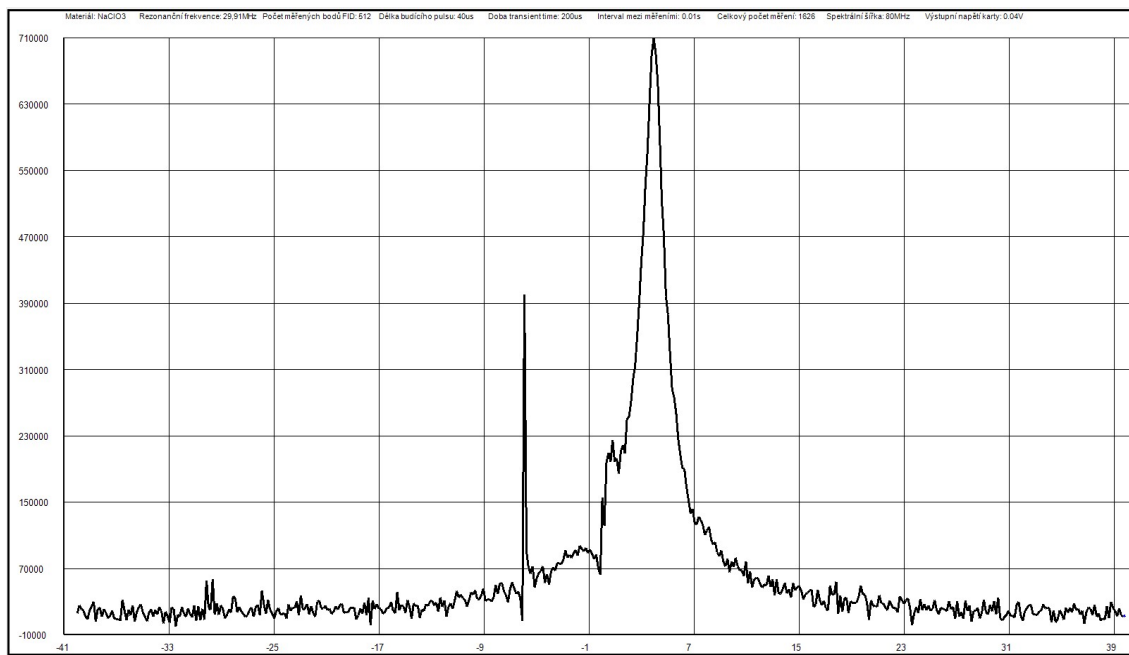


obr. 6.1 Namerané NQR spektrum chlorečnanu draselného

Meranie NaClO_3 bolo vykonané s týmto nastavením:

- budiaci impulz $40 \mu\text{s}$;
- mŕtva doba $200 \mu\text{s}$;
- doba snímania FID-u 1ms ;
- spektrálna šírka 80kHz ;
- počet opakovaní 1000 ;

obr. 6.2 zobrazuje výsledné NQR spektrum meranej vzorky.



obr. 6.2 Namerané NQR spektrum chlorečnanu sodného

ZÁVER

Cieľom diplomovej práce bolo preštudovať relevantnú literatúru z oblasti spektroskopie pevných látok s dôrazom na NMR a NQR spektroskopiu. V práci je popísaný základný prehľad teórie, ktorá súvisí s touto problematikou, od spektroskopie a jednotlivých spektroskopických meracích metód až po podrobnú analýzu NMR a NQR spektroskopie. Nasledujúce kapitoly popisujú princíp zvolenej meracej metódy, samotný NQR spektrometer, jeho jednotlivé komponenty a hlavné parametre NQR spektrometra.

Posledná kapitola je venovaná meraniu predložených vzoriek (KClO_3 , NaClO_3). Ďalšie látky, ktoré je možné identifikovať pomocou NQR ako napr. Hexogén (RDX), Oktogén (HMX), Pentrit (PETN) alebo Trinitrotoluén (TNT) neboli na zariadení testované nakoľko ide o profesionálne výbušniny. Pri týchto meraniach je bezpodmienečne nutná prítomnosť pyrotechnika.

Navrhované zmeny, ktoré viedli k optimalizácii spektrometra boli zrealizované, pričom bol sledovaný a meraný vplyv týchto zmien na kľúčové parametre spektrometra. Akumulátorový napájací zdroj je umiestnený v prístrojovej skrinke a NQR spektrometer je rozmiestnený a upevnený na doske s rozmermi 60x80 cm. Pre napájanie spektrometra je použitý 1,5 m kábel s priemyselnými konektormi Amphenol, pre komunikáciu spektrometra s PC je použitý ethernetový kábel RJ-45.

LITERATÚRA

- [1] SATHYANARAYANA, D.N. *Introduction to magnetic resonance spectroscopy, ESR, NMR, NQR*. New Delhi: I.K. International Pub. House, 2009. ISBN 9789380026251.
- [2] SKOOG, Douglas, HOLLER, James and Stanley CROUCH. *Principles of Instrumental Analysis*. Canada: Thomson Higher Education, 2007. ISBN 978-0-495-01201-6.
- [3] PROCHÁZKA, M. *NQR spektroskopie – návrh metod měření*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav radioelektroniky, 2013. 61 s. Diplomová práce. Vedoucí práce: doc. Ing. Miloslav Steinbauer, Ph.D.
- [4] American Scientist, Volume 93, Number 1, p. 50 *Explosives Detection with Nuclear Quadrupole Resonance*. [online] January - February 2005. Dostupné na <<http://www.americanscientist.org/issues/feature/explosives-detection-with-nuclear-quadrupole-resonance/1>>
- [5] SEGIŇÁK, J. *Návrh měřicího pracoviště pro šumovou spektroskopii*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2015. 59s, 1 příl. Vedoucí bakalářské práce Ing. Zoltán Szabó, Ph.D.
- [6] OSTAFIN, M., NOGAJ, B. ¹⁴N-NQR based device for detection of explosives in landmines. Adam Mickiewicz University of Poznan, Department of Physics, Umultowska 85, 61-614 Poznan, Poland, Elsevier, 2007.
- [7] *Datasheet USRP™ N200/N210 Networked Series* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: www.ettus.com/content/files/07495_Ettus_N200-210_DS_Flyer_HR_1.pdf
- [8] *Ettus Research BasicTx USRP Daughterboard (1–250 MHz)* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <https://www.ettus.com/product/details/BasicTX>
- [9] *Ettus Research LFTX USRP Daughterboard (DC - 30 MHz)* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <https://www.ettus.com/product/details/LFTX>
- [10] *Ettus Research BasicRx USRP Daughterboard (1–250 MHz)* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <https://www.ettus.com/product/details/BasicRX>
- [11] *Ettus Research LFRX USRP Daughterboard (DC - 30 MHz)* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <https://www.ettus.com/product/details/LFRX>
- [12] *Datasheet RF Amplifier Module AlphaSA Series 500kHz-150MHz* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: http://www.tomcorf.com/pdf/module_AlphaSA.pdf
- [13] *Datasheet MITEQ AU-1647* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <https://www.miteq.com/docs/1647-1592835-I2310.PDF>
- [14] *Datasheet Mini-Circuits ZFL-1000LN+* [online]. 2016 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <http://194.75.38.69/pdfs/ZFL-1000LN+.pdf>

- [15] *Datasheet Mini-Circuits ZFDC-15-6-S+* [online]. 2016 [cit. 2016-12-15]. Dostupné z: <http://194.75.38.69/pdfs/ZFDC-15-6+.pdf>
- [16] *Datasheet Mini-Circuits ZFBDC20-61HP+* [online]. 2016 [cit. 2016-12-15]. Dostupné z: <http://194.75.38.69/pdfs/ZFBDC20-61HP+.pdf>
- [17] *Datasheet Mini-Circuits MTS-18-12B+* [online]. 2017 [cit. 2017-05-20]. Dostupné z: <https://www.minicircuits.com/pdfs/MTS-18-12B+.pdf>
- [18] *Datasheet RG58C/U* [online]. 2005 [cit. 2016-12-14]. Dostupné z: <http://www.farnell.com/datasheets/80046.pdf>
- [19] *Datasheet Amphenol RF BNC connectors* [online]. 2016 [cit. 2016-12-12]. Dostupné z: <http://www.amphenolrf.com/connectors/bnc.html>
- [20] *Datasheet Amphenol RF SMA connectors* [online]. 2016 [cit. 2016-12-12]. Dostupné z: <http://www.amphenolrf.com/products/CatalogPages/SMA.pdf>
- [21] *Datasheet Amphenol RF N-type connectors* [online]. 2016 [cit. 2016-12-12]. Dostupné z: <http://www.amphenolrf.com/products/CatalogPages/TypeN.pdf>
- [22] Zeeman efect. *Indiana University* [online]. 2017 [cit. 2017-05-25]. Dostupné z: http://www.physics.indiana.edu/P202_Lecture_2.pptx
- [23] *Pieter Zeeman - Nobel Lecture* [online]. 2017 [cit. 2017-05-25] Dostupné z: https://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1902/zeeman-lecture.html.
- [24] Revolutionary Magnet Technologies: Double-Helix™. *AML Superconductivity and Magnetics* [online]. 2017 [cit. 2017-05-25]. Dostupné z: <http://amlsuperconductivity.com/capabilities/technology/>

ZOZNAM OBRÁZKOV

| | | |
|-----------|---|----|
| obr. 1.1 | Kvadrupólový moment atómových jadier, kde $eQ < 0$, prevzaté z [4]..... | 7 |
| obr. 1.2 | Rozdelenie energetických hladín jednotkového spinu, prevzaté z [4]..... | 8 |
| obr. 1.3 | Princíp nukleárnej kvadrupólovej rezonancie, prevzaté z [6]..... | 9 |
| obr. 1.4 | NQR rezonančné frekvencie pre niektoré výbušniny a narkotiká, prevzaté z [6]; osa x je v [kHz]..... | 10 |
| obr. 2.1 | Zeemanov jav a vplyv magnetického poľa na spektrum [22]..... | 12 |
| obr. 3.1 | Základná bloková schéma NQR Spektrometra..... | 14 |
| obr. 3.2 | FID signál | 14 |
| obr. 3.3 | Frekvenčné spektrum FID signálu..... | 14 |
| obr. 3.4 | Bloková schéma NQR spektrometra s prispôbením obvodu | 15 |
| obr. 3.5 | Bloková schéma NQR spektrometra využívajúceho USRP | 16 |
| obr. 3.6 | Zapojenie obvodu aktívneho tlmenia v NQR spektrometri | 17 |
| obr. 3.7 | Časový priebeh napätia na hradle MOSFET tranzistora | 18 |
| obr. 3.8 | Zapojenie pre ladenie prispôbenia meracej sondy | 18 |
| obr. 3.9 | Zapojenie pre ladenie rezonancie meracej sondy | 19 |
| obr. 4.1 | Pôvodný Radioprocessor® od firmy SpinCore | 20 |
| obr. 4.2 | USRP N210 od firmy Ettus Research..... | 21 |
| obr. 4.3 | USRP N210 v zapojení s prídavnými kartami LFTX a LFRX..... | 21 |
| obr. 4.4 | Prídavná karta LFTX Daughterboard | 22 |
| obr. 4.5 | Prídavná karta BasicTX Daughterboard | 23 |
| obr. 4.6 | Prídavná karta LFRX Daughterboard | 24 |
| obr. 4.7 | Prídavná karta BasicRX Daughterboard..... | 25 |
| obr. 4.8 | Celkové zapojenie akumulátorového napájacieho zdroja..... | 26 |
| obr. 4.9 | Zapojenie pomocnej banky kondenzátorov | 26 |
| obr. 4.10 | Zrealizovaná banka kondenzátorov | 27 |
| obr. 4.11 | Lineárny stabilizátor 46V/4A a 15V/1A..... | 27 |
| obr. 4.12 | Realizovaný akumulátorový napájací zdroj..... | 28 |

| | | |
|-----------|---|----|
| obr. 4.13 | Hore realizovaný akumulátorový napájací zdroj, dole stabilizovaný zdroj 40V/10A používaný na kontinuálny mód výkonového zosilňovača. | 28 |
| obr. 4.14 | Výkonový RF zosilňovač TOMCO BTM00250-AlphaS | 29 |
| obr. 4.15 | Pasívny chladič umiestnený na zosilňovači TOMCO | 30 |
| obr. 4.16 | Nízkošumový zosilňovač MITEQ AU-1647 | 31 |
| obr. 4.17 | Dvojica zosilňovačov ZFL-1000LN+ v kaskádovom zapojení..... | 31 |
| obr. 4.18 | Directional coupler ZFDC-15-6 od firmy Mini-Circuits..... | 32 |
| obr. 4.19 | Couplery ZFBDC20-61HP v prevedení BNC (vľavo) a SMA (vpravo) | 32 |
| obr. 4.20 | VF reléový spínač MTS-18-12B+ od firmy Mini-Circuits..... | 33 |
| obr. 4.21 | Meracia sonda ladená na frekvenciu 3,5 MHz | 33 |
| obr. 4.22 | Meracia sonda ladená na frekvenciu 5 MHz | 34 |
| obr. 4.23 | Meracia sonda ladená na frekvenciu 28 MHz | 34 |
| obr. 4.24 | Vľavo magnetické pole sedlovej cievky, vpravo pole cievky Double-Helix TM , prevzaté z [24]..... | 36 |
| obr. 4.25 | Double-Helix TM cievka, prevzaté z [24] | 36 |
| obr. 4.26 | Zľava konektory typu N, BNC a SMA, vpravo feritová perla FEC 6,5 . | 37 |
| obr. 5.1 | Ovládací panel programu NQR spektrometra | 39 |
| obr. 5.2 | Ladenie sondy na frekvenciu 28,09 MHz (KClO ₃) pomocou Bode analyzátora | 40 |
| obr. 5.3 | Ladenie sondy na frekvenciu 28.09 MHz (KClO ₃) pomocou spektrálneho analyzátora Agilent N1996A v móde return loss..... | 40 |
| obr. 6.1 | Namerané NQR spektrum chlorečnanu draselného..... | 41 |
| obr. 6.2 | Namerané NQR spektrum chlorečnanu sodného..... | 42 |

ZOZNAM TABULIEK

| | | |
|----------|--|----|
| tab. 1.1 | Izotopy prvkov často používaných v NQR [1]; QCC je kvadrupólová väzobná konštanta..... | 8 |
| tab. 4.1 | Prehľad zlúčenín detekovateľných NQR spektrometrom..... | 35 |

ZOZNAM SYMBOLOV, VELIČÍN A SKRATIEK

| | |
|-----------|--|
| f | frekvencia |
| λ | vlnová dĺžka |
| P | elektrický výkon |
| U | elektrické napätie |
| I | elektrický prúd |
| R | elektrický odpor |
| q | elektrický náboj |
| m | hmotnosť |
| A_p | výkonové zosilnenie |
| DC | jednosmerný prúd (Direct Current) |
| AC | striedavý prúd (Alternating Current) |
| E | energia |
| A | absorbancia |
| T | transmitancia |
| IR | infračervené |
| UV | ultrafialové |
| VIS | viditeľné spektrum |
| MS | hmotnostná spektroskopia (Mass Spectroscopy) |
| NMR | nukleárna magnetická rezonancia (Nuclear Magnetic Resonance) |
| NQR | nukleárna kvadrupólová rezonancia (Nuclear Quadrupole Resonance) |
| A/D | analógovo/digitálny |
| D/A | digitálne/analógový |
| UWB | Ultra Wide Bandwidth |
| LAN | Local Area Network |
| DH | Double-Helix |

A PRÍLOHA

A.1 Zdrojový kód programu NQR spektrometra

