



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV RADIOELEKTRONIKY

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF RADIO ELECTRONICS

NQR SPEKTROSKOPIE - NÁVRH METOD MĚŘENÍ

NQR SPECTROSCOPY - DESIGN OF MEASUREMENT METHODS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. MICHAL PROCHÁZKA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. MILOSLAV STEINBAUER,
Ph.D.

BRNO 2013



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav radioelektroniky

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektronika a sdělovací technika

Student: Bc. Michal Procházka

ID: 106738

Ročník: 2

Akademický rok: 2012/2013

NÁZEV TÉMATU:

NQR spektroskopie - návrh metod měření

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s metodami spektroskopie pevných látek, dále nastudujte a stručně popište princip nukleární kvadrupólové rezonance. Zaměřte se na využití NQR pro spektroskopii.

Navrhněte pracoviště NQR pro spektroskopii látek v rozsahu 0,5 až 10 MHz se zaměřením na detekci výbušnin a podobných materiálů. Navrhněte metodiku měření pro vyloučení falešných signálů a dostatečnou citlivost.

Sestavte NQR tomograf a proveďte experimentální měření na zadaných vzorcích. Ověřte minimální detekovatelná množství vzorků výbušných látek.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

[1] SATHYANARAYANA, D.N. Introduction to Magnetic Resonance Spectroscopy ESR, NMR, NQR. New Delhi: I K International Publishing House, 2009.

[2] VIJ, D.R. Handbook of Applied Solid State Spectroscopy. Heidelberg: Springer-Verlag, 2006.

[3] FRAISSARD, J., LAPINA, O. Explosives Detection using Magnetic and Nuclear Resonance Techniques. Heidelberg: Springer, 2009.

Termín zadání: 11.2.2013

Termín odevzdání: 24.5.2013

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

Konzultanti diplomové práce:

prof. Dr. Ing. Zbyněk Raida

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

Nukleární kvadrupólová spektroskopie je moderní analytická metoda, která využívá speciální vlastnost atomových jader některých izotopů, jejich kvadrupólový moment. Metoda nukleární kvadrupólové rezonance (NQR) je v principu velmi podobná dnes již poměrně rozšířené nukleární magnetické rezonanci (NMR), proto jsou základní principy objasňovány na NMR. Práce se zabývá principem samotné NQR, nastíněny jsou způsoby výpočtu rezonančních kmitočtů NQR aktivních látek. Teoretická část popisuje využití této metody pro detekci některých látek, např. výbušnin, drog, a jiných chemikálií, ale i potenciální využití v řadě dalších oborů. Další část práce se zabývá obvodovým řešením NQR detektoru, metodami zajištění dostatečné citlivosti příjmu, obvodovým oddělením, přizpůsobením, apod. Praktická část obsahuje návrh, realizaci a proměření několika pí-článků a impedančních transformátorů, výpočet a zhotovení experimentální sondy, navinutí a proměření měřicí cívky. V další části práce bylo sestaveno pracoviště NQR detektoru, na kterém byly detekovány předložené chemické látky KClO_3 , NaClO_3 a NaNO_2 a určeno minimální detekovatelné množství chlorečnanu draselného, jakožto zástupce nejsilnějšího ze signálů.

Klíčová slova

NMR, NQR, nukleární kvadrupólová rezonance, detekce výbušnin, impedanční transformátor, pí-článek, impedanční přizpůsobení, obvodové oddělení

Abstract

Nuclear quadrupole spectroscopy is a modern analytical method for detecting specific solid state materials, e.g. explosives, drugs etc. It uses phenomenon of atomic nucleus called nuclear quadrupole moment. NQR method is very similar to common nuclear magnetic resonance (NMR) that is why major principles are explained using NMR. The thesis deals with basic principle of NQR, its usage for explosives detection and also detection of other chemical compounds and many other useful applications. The thesis deals with specific circuit design, techniques for sufficient sensitivity, impedance matching and circuit isolation. Practical part consists of simulations as well as designs of a few impedance transformers, pi-networks, and coils. Also experimental probe was created. In the last part, NQR workplace was assembled and a few chemical compounds were detected. These were KClO_3 , NaClO_3 and NaNO_2 . Finally minimum detectable amount of potassium chlorate as the strongest signal of these was determined.

Keywords

NMR, NQR, nuclear quadrupole resonance, explosives detection, impedance transformer, pi-network, impedance matching, circuit isolation

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.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „NQR spektroskopie - návrh metod měření“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího 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 bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské 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

Za řadu cenných informací patří mé vřelé díky panu Ing. Bohumilu Královi, CSc. z firmy Prototypa, a.s., také panu Ing. Jiřímu Kubišтови, PhD. z ÚFCH JH AV ČR Praha za nasměrování do problematiky NQR, dále panu Ing. Radku Kubáskovi, Ph.D. z Ústavu teoretické a experimentální elektrotechniky a zejména pak vedoucímu mojí práce doc. Ing. Miloslavu Steinbauerovi, Ph.D.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

Výzkum realizovaný v rámci této diplomové práce byl finančně podpořen projektem
CZ.1.07/2.3.00/20.0007 **Wireless Communication Teams**
operačního programu **Vzdělávání pro konkurenceschopnost**.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Finanční podpora byla poskytnuta Evropským sociálním fondem
a státním rozpočtem České republiky.

Tento příspěvek vzniknul za podpory projektu CZ.1.07/2.3.00/20.0007 WICOMT,
financovaného z operačního programu Vzdělávání pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Obsah

Abstrakt	- 1 -
Obsah	- 5 -
1 Úvod do spektroskopie.....	- 6 -
1.1 Spektroskopie pevných látek.....	- 6 -
2 Nukleární rezonance	- 7 -
3 Nukleární magnetická rezonance	- 9 -
4 Nukleární kvadrupólová rezonance	- 13 -
4.1 NQR a detekce výbušnin	- 17 -
4.2 Historie NQR	- 17 -
4.3 Současná praxe.....	- 18 -
4.4 FID, echo, spin echo	- 20 -
4.5 Problémy detekce NQR	- 22 -
4.6 Další možnosti využití NQR	- 23 -
5 Obvodové řešení NQR detektoru	- 25 -
5.1 Zajištění citlivosti příjmu.....	- 25 -
5.2 Paralelní rezonanční obvod.....	- 27 -
5.3 Sériový rezonanční obvod	- 28 -
5.4 Praktická realizace sériového rezonančního obvodu	- 29 -
5.5 Obvodové přizpůsobení.....	- 34 -
5.6 Obvodové oddělení	- 35 -
5.7 Blokové zapojení NQR detektoru	- 36 -
6 Výběr součástek a návrh komponent.....	- 38 -
6.1 Nízkošumový zesilovač	- 38 -
6.2 Směrová odbočnice	- 38 -
6.3 Návrh měřicí cívky	- 38 -
6.4 Sonda a její návrh.....	- 41 -
6.5 Pí článek	- 43 -
6.6 Impedanční transformátor.....	- 46 -
6.7 Výkonový zesilovač.....	- 52 -
7 Měření	- 53 -
7.1 Kalibrace a ladění pracoviště	- 53 -
7.2 Výsledky měření a diskuze	- 54 -
7.3 Minimální detekovatelná množství	- 57 -
7.4 Měřicí pracoviště NQR.....	- 59 -
8 Závěr	- 61 -
9 Reference	- 62 -

1 Úvod do spektroskopie

Spektroskopie je oborem fyziky, který se zabývá spektrem látek, jejich vznikem a vlastnostmi. Historicky první zkoumané spektrum bylo pravděpodobně spektrum bílého světla rozkládané Isaacem Newtonem na skleněném hranolu. Časem se termín zobecnil na interakci elektromagnetické vlny a zkoumaného vzorku za účelem získání funkce intenzity vyzařování v závislosti na vlnové délce nebo frekvenci.

Spektroskopie má velké využití ve většině vědních oborů – od fyziky, chemie, biologie, přes elektrotechniku, strojírenství, stavebnictví a jistě řadu dalších. Měřicí zařízení pro určení spektra látek se nazývají spektrometry, spektrofotometry, spektrografy nebo spektrální analyzátoři.

Přímou aplikací využití atomové spektroskopie je například využití vzácných plynů v osvětlovacích trubcích. Příměsi barviv, inkoustů či barev jsou vybírány na základě jejich spektrálních vlastností. V astrofyzice můžeme podle spektra přijatého ze vzdálených hvězd určit jejich složení. Plyny jedovatého oxidu dusičitého mají červenohnědé výpary, to je přímý důsledek absorpční vlastnosti molekulového spektra, spektroskopický Rayleighův rozptyl způsobuje modrou barvu oblohy.

Hlavním parametrem elektromagnetické vlny je frekvence. Příliš vysoké frekvence, které zahrnují oblast nad UV pásmem – tzv. ionizující záření (rentgenové a γ – záření) atom ionizují, čímž ho učiní silně reaktivním, v souvislosti s živými organismy to znamená změny genetické informace nebo až zánik buňky. Za relativně bezpečné jsou považovány frekvence nižší než pásmo viditelného světla, sem patří oblast rádiových vln. Moderní metody vyžadují nedestruktivní analýzu, aplikace spektroskopie na člověka také vyžaduje použití bezpečných hodnot energií. Tyto metody proto využívají rádiové kmitočty, které v atomech ovlivňují natočení jaderného spinu. Při aplikaci na člověka pak postačuje dodržení bezpečných hodnot SAR.

Spektrum látek většinou není spojité, tvoří jej spektrální čáry, jejichž kombinace je pro danou chemickou látku unikátní. Kapaliny a pevné látky mají často spektrum pásové, plynné látky pak většinou mají izolované spektrální čáry nebo jejich shluky.

1.1 Spektroskopie pevných látek

Existuje celá řada metod spektroskopie a typů dělení. Spektroskopie můžeme například rozdělovat podle typu působící energie (elektromagnetická, mechanická...), podle typu interakce s hmotou (absorpce, emise, rozptyl...) nebo např. podle typu zkoumané látky (atomová, molekulová, nukleární...).

Spektroskopie pevných látek se v současné době nejčastěji zabývá zkoumáním atomových jader (např. metoda NMR), neutronů (pružný a nepružný rozptyl), elektronů (ESR nebo tunelová spektroskopie) nebo např. muonů (μ SR). Téměř každá analýza záření může být považována za spektroskopii.

Tento text je zaměřen na objasnění nukleární spektroskopie, předmětem zkoumání je tedy atomové jádro, energii nese elektromagnetická vlna a interakce s hmotou spočívá v absorpci a následné emisi energie.

2 Nukleární rezonance

Nukleární rezonance, jak z názvu plyne, se zakládá na poznacích o jádrech atomů. Z hlediska magnetických vlastností si atomové jádro si můžeme představit jako malý magnetický dipól. Zákony kvantové mechaniky říkají, že vystavíme-li atomové jádro působení vnějšího magnetického pole, atomy se vychýlí ve směru tohoto pole. Magnetický moment atomových jader, který je obvykle znázorněn šipkou, se tedy vychýlí ve směru přiloženého pole. Některé momenty – vektory nebo též spiny se však vychýlí jinak, některé i protisměrně. Jejich uspořádání souvisí s nalezením nejméně energeticky náročného stavu. Podstatným faktem je to, že tyto stavy jsou v homogenním magnetickém poli jednoznačně energeticky definovatelné. Podobnost lze najít v elektronech atomu, jež mohou být ze základního stavu přijetím jistého množství energie (konkrétně fotonem o správném kmitočtu) excitovány do vyššího energetického stavu. Podobně potom může dojít k poklesu elektronu do nižšího energetického stavu a emisi fotonu o dané frekvenci. Z energetického hlediska se však nukleární rezonance týká mnohem menších hodnot energií, než ty, které jsou potřebné při přeskoku elektronu do sousední energetické hladiny.

Nukleární rezonance je založena na skutečnosti, že některá atomová jádra složená z protonů a neutronů disponují magnetickým dipólovým (nukleární magnetická rezonance - NMR) nebo elektrickým kvadrupólovým momentem (nukleární kvadrupólová rezonance - NQR) neboli tzv. spinem. Spin celé molekuly tvořené mnoha atomy, tzv. spin-mřížkový moment je tvořen společným spinem protonů a neutronů, není však automatické, že shluk nukleonů (protonů nebo neutronů) disponuje nějakým spinem. V jistých konstelacích se jednotlivé spiny protonů a neutronů mohou vzájemně vyrušit a celkový spin jádra tak může být nulový. Předpokladem pro nenulový celkový spin je lichý počet nukleonů, pokud toto není splněno a je nukleonové číslo sudé, pak je podmínkou pro nenulový spin liché protonové číslo. Pokud je nukleonové i protonové číslo sudé, pak je spinový rotační moment nulový. NMR i NQR vyžadují přítomnost specifických izotopů. [3]

Jaderný spin je vnitřní kvantová vlastnost elementárních částic, která nemá ekvivalent v klasické mechanice. Spin částice určuje celkový moment hybnosti soustavy. Fermiony (např. elektron, proton, neutron) mají poločíselné násobky spinů, zatímco bosony (např. foton, gluon, mezon, alfa částice...) mají spin celočíselný. Velikost spinu je dána bezrozměrným číslem, které představuje násobek redukované Planckovy konstanty. U NQR je kvadrupólový moment vybuzen gradientem elektrického pole, zatímco u NMR precesi jádra ovlivňuje magnetická složka RF elektromagnetického pole. NQR je kmitočtově pevně definována, zatímco kmitočty NMR definuje přiložené magnetické pole.

Podobnou metodou je ESR – elektron spinová rezonance, má podobné teoretické základy jako NMR a pomáhá tam, kde metodou NMR použít nemůžeme, např. v paramagnetických látkách. Nukleární magnetická rezonance je vhodná pro aplikaci na kapaliny. Nukleární kvadrupólová rezonance je naopak omezena na látky pevné.

Jaderná vlnová funkce má určitou paritu, proto existují různé 2^n - póly. Elektrické pole generuje multipóly se sudým n - tedy monopól, kvadrupól..., zatímco magnetické pole multipóly s lichým n - dipól, oktapól, atd. Momenty obecně rapidně slábnou s rostoucím n . V pevných látkách, kde je nulové elektrické pole je jádro v rovnovážném stavu, za nepřítomnosti magnetického pole proto bude první možná nenulová interakce právě s kvadrupólovým momentem. Jestliže existují i vyšší momenty, pak jsou většinou natolik slabé, že NQR měření neovlivní. Elektrický kvadrupólový moment se vyznačuje osovou symetrií,

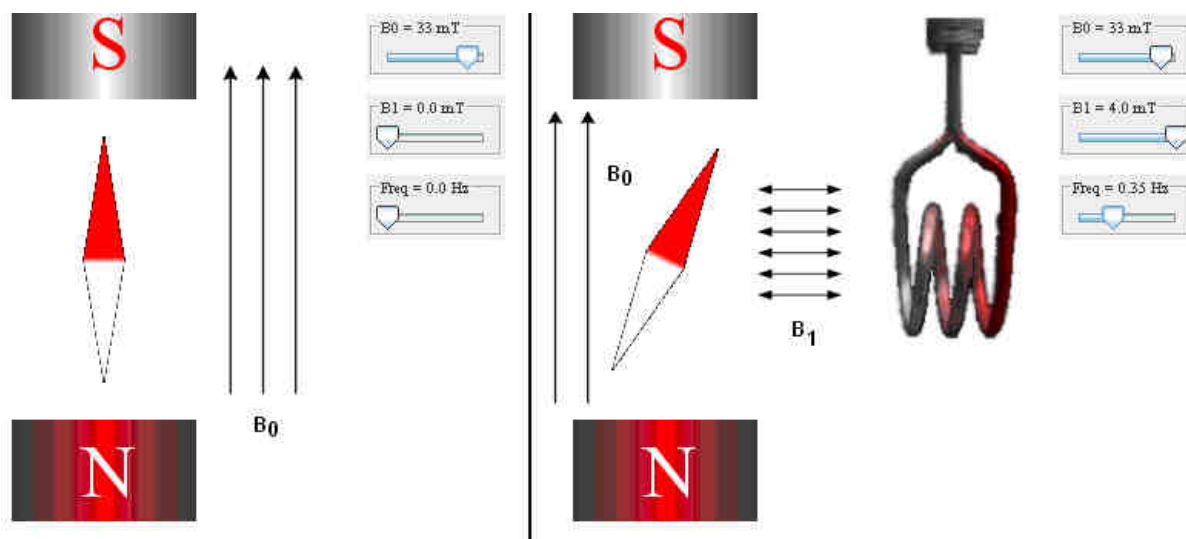
osa této symetrie se shoduje s osou jaderného úhlového momentu a též s jaderným magnetickým dipólovým momentem. [4]

NMR, NQR i MRI jsou metody, které ke své funkci nevyužívají ionizující záření. Tato skutečnost velmi příznivá pro použití v medicíně. Nukleární magnetické rezonanci se též přezdívá krátce magnetická rezonance, spojení se slovem nukleární implikuje u veřejnosti podobnost s jadernou energií a je zavádějící. Podobně existuje ještě metoda pro zobrazování magnetickou rezonancí - *Magnetic Resonance Imaging*. MRI je podobná NMR, avšak pro vykreslování snímků využívá gradient magnetického pole a je založena na měření rozdílných spin-mřížkových relaxačních časů, které jsou různé pro molekuly v různých tkáních organismu. To např. napomáhá zjistit přítomnost onkologicky nebezpečné tkáně.

3 Nukleární magnetická rezonance

Poprvé byla demonstrována roku 1946 a jedná se v současné době o nevýznamnější techniku pro analýzu organických i anorganických sloučenin. Metoda NMR využívá zejména rezonance vodíkových jader, ty jsou v lidském těle obsaženy ve formě H_2O téměř v každé buňce, jak známo, lidské tělo obsahuje až 70% vody. Tato metoda se nazývá protonová nukleární magnetická rezonance, protože vodík obsahuje pouze jeden proton. Právě vodík disponuje velmi vysokou absolutní citlivostí, současně je výskyt izotopů vodíku ^1H (dle [3]) asi 99,98% oproti ostatním aktivním izotopům jader NMR. Hned za ním, s výskytem asi 1,11% je izotop uhlíku ^{13}C , dále se metoda NMR zabývá detekcí izotopů fluoru F, dusíku N, kyslíku O, fosforu P a dalších prvků se spinovým momentem až po lutecium Lu, které má spinový rotační moment vůbec nejsilnější, mimoto též disponuje nejsilnějším kvadrupólovým momentem.

Princip NMR je možno jednoduše vysvětlit na následujícím obrázku, B_0 reprezentuje homogenní magnetické pole, štělka magnetu pak představuje magnetický spin atomu. Na obrázku vlevo je výchozí stav. Přiložení vysokofrekvenčního magnetického pole B_1 může reprezentovat přibližování a oddalování permanentního magnetu nebo zde zobrazená cívka, protékající vysokofrekvenčním proudem, který v ní budí magnetické pole. Pokud vhodně zvolíme frekvenci, tedy pokud budeme frekvencí magnetického pole blízko rezonanční frekvence magnetického spinu atomu, spinový moment se rozkmitá a začne se vychylovat do krajních poloh (viz obrázky pod textem vpravo). Při vypnutí vf proudu se pak začne štělka pohybovat tlumeným kmitavým pohybem, až se ustálí v rovnovážné pozici jako na obrázku vlevo. Při tomto tlumeném doznívajícím kmitání můžeme přiloženou cívku měřit proudy buzené štělkou – tedy relaxujícím spinem.



Obr. 1: Zjednodušená představa funkce NMR, popsáno viz text výše, upraveno z [2]

Při samotném procesu NMR je zkoumaný objekt - např. tělo pacienta - vystaveno silnému homogennímu statickému magnetickému poli B_0 . Magnetické pole v dnešních přístrojích se podle [6] pohybuje až do 3 T, laboratorně až 12 T (vyšší magnetická indukce odpovídá lepšímu SNR). Toto pole způsobí, že se vodíkové ionty respektive jejich spiny nasměrují podle tohoto pole podobně jako štělka magnetu. Většina z nich se svým spinovým vektorem

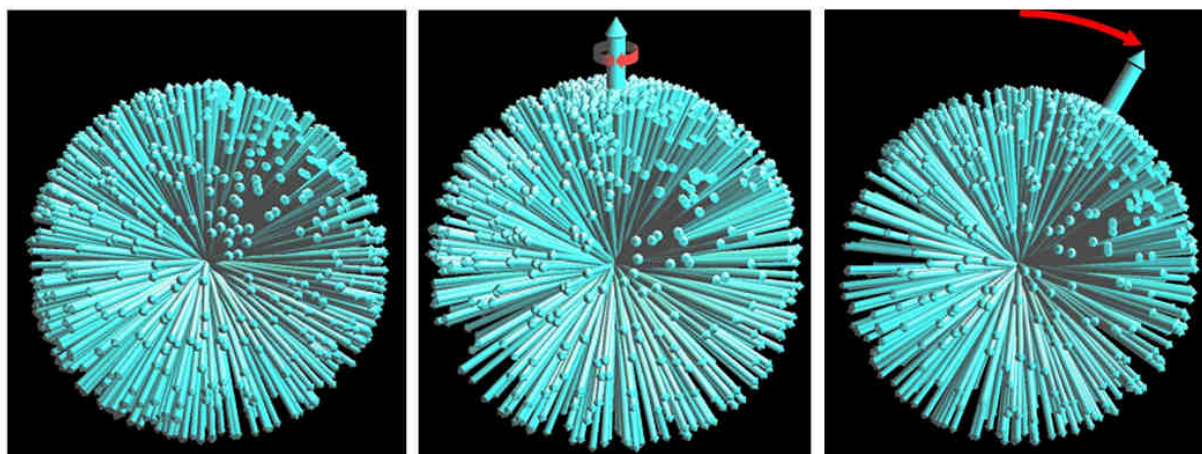
natočí ve směru pole (paralelně), některé se nasměrují náhodně, jiné dokonce antiparalelně, tedy proti směru tohoto pole a postupně se ustalují. Současně interakce mezi jádry způsobí jakési náhodné rozmístění ostatních spinů. Tyto spiny tedy společně tvoří hlavní spin-mřížkový vektor, který směřuje ve směru pole, tedy ve směru většiny jednotlivých spinových vektorů (na obr. 2 označen tlustou šipkou). Rozdělení paralelních respektive antiparalelních spinů je určeno termodynamickou rovnováhou a jedná se o tzv. Boltzmannův distribuční zákon (dle [6]):

$$\frac{N_2}{N_1} = e^{-\frac{\Delta E}{kT}} \quad (1)$$

kde

- N_1, N_2 ... množství nižších resp. vyšších energ. stavů, [-]
- T ... termodynamická teplota, [K]
- ΔE ... rozdíl energie mezi dvěma sousedními stavy, [J]
- k ... Boltzmanova konstanta ($k = 1,3806488 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$)

Antiparalelní spiny se vyskytují v malém množství a jsou na vyšší energetické úrovni. Homogenní magnetické pole však kromě natočení spinů způsobí hlavnímu spinu precesi – tedy rotaci kolem volné osy, opisující kužel. Tato precese se též nazývá Larmorova.



Obr. 2: Spinový moment atomových jader, převzato z [2]:

Vlevo – spinový moment bez uspořádání, bez magnetického pole B_0

Uprostřed – aplikace magnetického pole B_0 , uspořádání spinů ve směru pole a rotace kolem vertikální osy (šipka naznačuje vektor majoritního spinu a současně směr magnetického pole)

Vpravo – vliv Larmorovy precese, spinový moment rotuje nejen kolem vertikální osy, ale též kolem horizontální osy

Pro excitaci jaderných spinů se využívá transverzální (kolmé) vysokofrekvenční magnetické pole B_1 . Toto transverzální pole se též označuje jako RF pole, jelikož využívá rádiové kmitočty. Rezonanční frekvenci ovlivňuje typ atomového jádra, jeho chemické okolí a intenzita magnetického pole. RF impulzy o daném kmitočtu jsou vysílány pomocí cívek, které vychýlí spiny s danou rezonanční frekvencí o jistý úhel. Tento úhel může být malý, avšak někdy 90° , 180° nebo až 360° . Po odeznění impulzu se postupně vrací - dalo by se říct dokmitávají do původní konstelace zajišťované statickým magnetickým polem B_0 . Během této relaxace jádra generují radiofrekvenční odezvu - rotující magnetický moment indukuje napětí - toto napětí se naindukuje na měřicí cívku a poté je vyhodnocováno. Při buzení

impulzem o větší šířce pásma se vybudí rezonance u více spinů současně, ty se rozkmitají a při relaxaci je pak lze rozlišit na základě rozdílného emitovaného kmitočtu, díky čemuž pak pomocí spektrální analýzy detekujeme různé chemické komponenty látky.

Rozdíly mezi dvěma energetickými spinovými stavy jsou přímo úměrné velikosti přiloženého magnetického pole. To koresponduje s frekvencí RF impulzů, ta je definována gyromagnetickou konstantou γ . Pro protonovou magnetickou rezonanci je podle [6] gyromagnetický poměr 42,58 MHz/T, což při magnetické indukci 1 Tesla určuje Larmorovu rezonanční frekvenci 42,58 MHz.

Tabulka 1: Přehled gyromagnetických poměrů vybraných atomových jader

jádro	H ¹	C ¹³	O ¹⁷	F ¹⁹	Na ²³	P ³¹
$\gamma/2\pi$ [MHz/T]	42,58	10,7	5,8	40	11,3	17,2

$$\nu = \frac{\gamma B_0}{2\pi}, \quad \Delta E = h\nu \quad (2), (3)$$

kde

ν ... Larmorova frekvence, [MHz]

γ ... gyromagnetická konstanta, [MHz.T⁻¹]

B_0 ... magnetická indukce, [T]

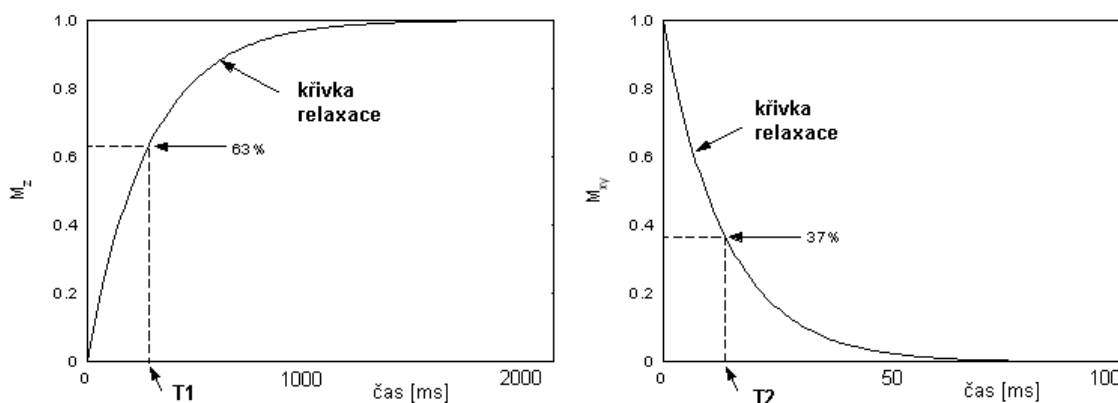
ΔE ... rozdíl energie mezi dvěma sousedními stavy, [J]

h ... Planckova konstanta ($h = 6,626068 \cdot 10^{-34}$ J.s)

U NMR i NQR se měří různé relaxační časy. Označují se jako T_1 , T_2 , T_2^* a T_2^{**} .

Hodnota T_1 označuje čas spin-mřížkové interakce (interakce s magnetickým šumem generovaná termálním pohybem - vliv modulovaných polí). Je to doba, po kterou dochází k podélné relaxaci, přesněji doba kterou trvá, než se excitované spiny vrátí do 63% původní magnetizace ve směru B_0 (viz obr. 3 vlevo). Tento čas závisí na velikosti molekuly, vazbě mezi atomy, teplotě, koncentraci jader a viskozitě. [6] Současně je T_1 minimální možný čas mezi jednotlivými sekvencemi, tudíž příliš velký T_1 (jako parametr dané látky) výrazně snižuje účinnost metod nukleární rezonance.

Časy T_2 , T_2^* označují spin-spinovou interakci nebo též transversální (příčnou) relaxaci, za kterou se koherentně excitované spiny natočí náhodně vlivem vzájemné interakce a teplotního neklidu. Spin-spinová interakce je čas, který vede k příčné relaxaci. Čas T_2 je ovlivněn pomalými změnami magnetického pole. Společně s uvážením vnějších nehomogenit je pak definován jako T_2^* . Za dobu T_2 se NQR signál stihne snížit na 37% původní hodnoty příčné magnetizace ve směru B_1 . (viz obr. 3)



Obr. 3: Relaxační časy T_1 , T_2 . Vertikální osy popisují poměrnou hodnotu vektorů magnetizace, M_z znázorňuje magnetizaci ve směru osy z (tedy magnetizaci B_0), M_{xy} pak znázorňuje magnetizaci ve směru magnetického pole B_1 .

Zmíněné časy jsou v podstatě stejné jako u NQR. Doba měření NQR signálu přímo určuje doba T_1 , obvykle se pohybuje od milisekund do jednotek sekund. Obvykle platí: $T_1 > T_2 \geq T_2^*$. Pro příklad trhavina RDX má relativně dlouhý čas T_2 a krátký čas T_1 , u trhaviny TNT je tomu naopak - T_2 je extrémně krátký a T_1 je dlouhý [5]. Proto je detekce RDX mnohem rychlejší než detekce TNT.

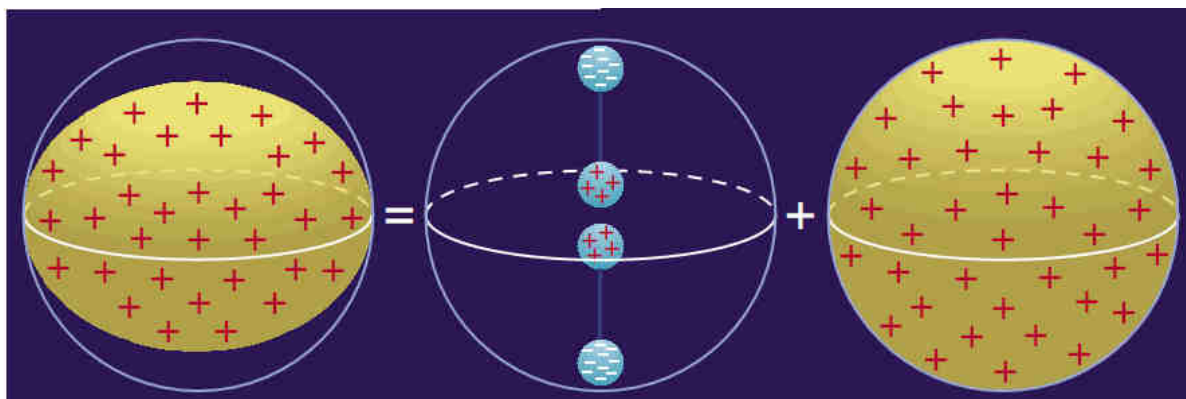
4 Nukleární kvadrupólová rezonance

Nukleární kvadrupólová rezonance (NQR) je metoda principiálně velmi podobná nukleární magnetické rezonanci, ovšem na rozdíl od ní nespočívá na uspořádání magnetických momentů ve vnějším magnetickém poli. Namísto toho metoda využívá faktu, že některá atomová jádra disponují tzv. kvadrupólovým momentem. První důkazy, že některá atomová jádra disponují elektrickým kvadrupólovým momentem byly získány studiem atomového spektra europia německými vědci Schulerem a Schmidtem. [1]

Nesymetrickým rozložením náboje vytváří atomové jádro gradient elektrického pole. Gradientem se v podstatě měří velikost energie mezi jednotlivými energetickými stavy, větší rozdíl mezi sousedními energetickými stavy odpovídá vyššímu rezonančnímu kmitočtu. Energetické úrovně, ve kterých se atomová jádra nacházejí, jsou definovány základě hodnoty spinového čísla dle vztahu (7). Pomocí tohoto vztahu a dalších níže uvedených vzorců pak lze definovat kmitočty nukleární kvadrupólové rezonance. Tyto kmitočty jsou ovlivněny kompletní chemickou strukturou zkoumané látky, proto lze podle kmitočtového spektra rozpoznat konkrétní látku.

Je-li atom s jistým kvadrupólovým momentem v obležení ostatních kvadr. momentů, bude interagovat s ostatními, celkový moment je potom dán součtem těchto momentů. Jsou-li odpovídající momenty orientovány protichůdně, pak se odečtou. Velikost spektrální čáry je podobně jako u NMR přímo úměrná magnetizaci v daném směru.

Zjednodušeně řečeno pomocí NQR, stejně jako NMR, je možno rozpoznat konkrétní sloučeninu daného prvku, s tím rozdílem, že NQR se omezuje na pevné látky, aplikace na plyny a kapaliny komplikuje skutečnost, že se zde molekuly neustále promíchávají, gradient elektrického pole je téměř nulový a tudíž se přechody mezi energetickými stavy kvadrupólových momentů nedají pozorovat.



Obr. 4: Kvadrupólový moment atomových jader, kdy $eQ < 0$, převzato ze [4]

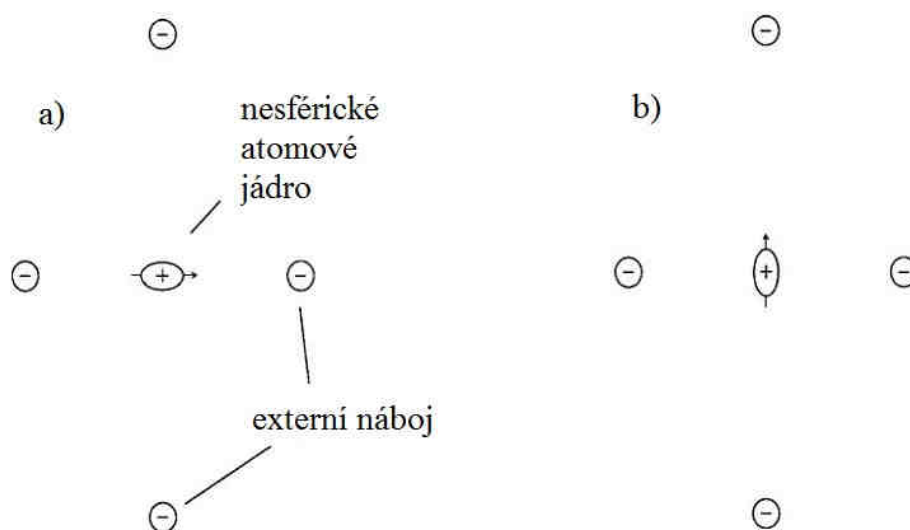
Kvadrupólový moment je zdánlivě tvořen dvěma elektrickými protichůdně orientovanými dipóly. Uvedenou skutečnost je možno vysvětlit tím, že jádra mají spinové kvantové číslo větší než $\frac{1}{2}$. Jinými slovy pozitivní elektrický náboj tohoto jádra není rozmístěn s dokonalou kulovou symetrií. Uvažujme moment s rovnoměrným rozložením kladného náboje ve tvaru koule, stlačením koule bychom obdrželi zploštělý elipsoid. Tento elipsoid by byl tvořen dvěma nad sebou uloženými protichůdně orientovanými dipóly – tvořili by tedy jakýsi „kvadrupól“. Je-li spinové kvantové číslo 0 – rozdělení kladného náboje je kulové, je-li toto číslo $\frac{1}{2}$ a současně kvadrupólový moment eQ je nulový je rozdělení náboje pořád sférické (e je náboj elektronu a Q kvadrupólový moment měřený odchylkou náboje od dokonalé kulové

symetrie). Známe-li rozložení náboje uvnitř jádra, můžeme jeho zploštělost respektive protaženost určit pomocí koeficientu nukleárního kvadrupólového momentu Q . Jedná se v podstatě o symetrický bezrozměrný tenzor [14] o velikosti 3×3 . Tenzor kromě tvaru určuje i orientaci jádra. Pokud je součin eQ různý od nuly, pak jádro disponuje kvadrupólovým momentem. Je-li $eQ < 0$, pak je elipsoid stlačen vůči hlavní, tedy vertikální ose (viz obr. výše), naopak pokud $eQ > 0$ je tento moment vůči hlavní ose protažen. Velikost jaderného kvadrupólového momentu jako skalární veličinu lze určit podle integrálního vztahu, zmíněného v literatuře [14], ve kterém vystupuje hustota náboje jako funkce polohy, velikost náboje elektronu a záleží na směru osové symetrie. Nukleární kvadrupólový moment je pak často uveden v jednotce barn.

$$[Q] = \text{barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2 \quad (4)$$

Integrální rovnice se považuje za klasickou definici, kvantová mechanika využívá složitější rovnici, obsahující velikost jaderného spinu. Zmíněné rovnice jsou užitečné pro jaderné fyziky, kteří hledají nové modely jader, pro elektrotechnickou aplikaci jsou spíše přítěží.

Gradient elektrického pole v jádře je obvykle popisován použitím prostorových derivací elektrostatického potenciálu. Zatímco je elektrické pole v jádře rovno nule, gradient tohoto pole jako prostorová derivace být nulový nemusí. Příkladem může být následující situace - konfigurace dvou nesférických nábojů v blízkosti izolovaných nábojů dle obrázku níže. Obrázek vlevo zobrazuje jádro, které je vůči bližším nábojům protaženo, obrázek vpravo pak vůči bližším nábojům jádro stlačeno - z hlediska energií má konfigurace vlevo nižší energii, protože je kladný náboj jádra blíže záporným nábojům.



Obr. 5: Porovnání energií různě natočených kvadrupólových momentů v přítomnosti izolovaných nábojů: konfigurace vlevo má nižší energii než ta vpravo (dle [14])

Nejmenší možný kvadrupólový spin roven jedničce. Co se týče nižších celočíselných spinů, jsou známa 4 stabilní jádra. Se spinem $I = 1$ jsou to následující ^2H , ^6Li , ^{14}N a se spinem $I = 3$ pak ^{10}B . Za zmínku ještě stojí radioaktivní izotopy s dlouhou dobou života ^{50}V s jaderným spinem $I = 6$ a ^{138}La se spinem $I = 5$. Většina NQR měření s celočíselným spinem je prováděna na atomech dusíku, konkrétně na izotopu ^{14}N .

Pro jednotkový jaderný spin existují 3 možné energetické hladiny definované následujícími vztahy (symbol η vyjadřuje parametr asymetrie a nabývá hodnot $0 \leq \eta \leq 1$, v případě osové symetrie nabývá hodnoty $\eta = 0$):

$$E_0 = -\frac{2}{3}h\nu_Q, \quad E_{\pm} = \frac{1 \pm \eta}{3}h\nu_Q, \quad \text{kde} \quad (5), (6)$$

E ... energetická úroveň

η ... parametr asymetrie ($\eta \in \langle 0; 1 \rangle$) v případě osové symetrie platí $\eta = 0$)

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

ν_Q ... kmitočet přechodu, [Hz]

definovaný dle [14] následovně:

$$\nu_Q = \frac{3e^2qQ}{4I(2I-1)h}, \quad \text{kde} \quad (7)$$

I ... velikost spinu, [-]

e^2qQ ... NQR vazební konstanta, kde

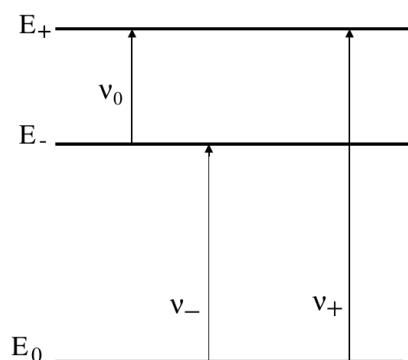
e ... náboj elektronu ($e = 1,602 \cdot 10^{-19}$ C)

q ... hodnota gradientu el. pole v daném směru

Q ... kvadrupólový moment, [barn]

Výše popsané energetické hladiny definují základní rezonanční kmitočty jednotkového spinu nukleární kvadrupólové rezonance dle vztahů:

$$\nu_0 = \frac{2}{3}\eta\nu_Q, \quad \nu_{\pm} = \left(1 \pm \frac{\eta}{3}\right)\nu_Q \quad (8), (9)$$



Obr. 6: Rozdělení energetických hladin jednotkového spinu

Pro spin velikosti 3 není známé přesné řešení, dle Butlera a Browna pro ně existuje 7 energetických úrovní a ty určují 18 přechodových stavů. [14]

V NQR je též velmi významný spin 3/2, detekován mimo jiné v praktické části této práce v izotopu chloru ^{35}Cl , jeho dvojitě degenerované energetické úrovně jsou definovány vztahy:

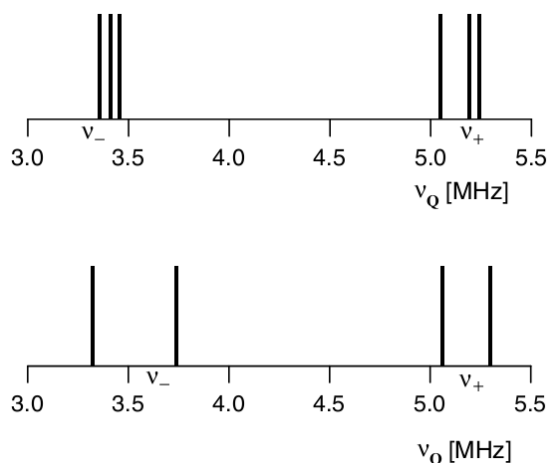
$$E_{\pm\frac{3}{2}} = h\nu_Q \sqrt{1 + \frac{\eta^2}{3}}, \quad E_{\pm\frac{1}{2}} = -h\nu_Q \sqrt{1 + \frac{\eta^2}{3}} \quad (10), (11)$$

ze kterých plyne pouze jediná nenulová rezonanční frekvence vyjádřená následovně:

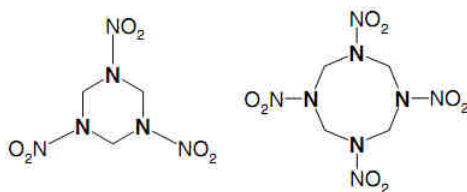
$$\nu = 2\nu_Q \sqrt{1 + \frac{\eta^2}{3}} \quad (12)$$

Pro spiny větší než 3/2 není známo přesně definované řešení, přibližně je možno energie vyjádřit pomocí hamiltoniánů.

NQR pro izotop dusíku ^{14}N se vyskytuje v pásmu 0,4 - 6 MHz [1]. Rozmístění rezonančních spektrálních čar souvisí s prostorovým uspořádáním molekuly dané výbušniny (obr. 7, 8).



Obr. 7: Spektrum trhavín při teplotě 25°C, nahoře RDX, dole HMX (převzato z [13])



Obr. 8: Geometrický chemický vzorec RDX (vlevo) a HMX (vpravo)

Shrnutí kapitoly 4:

Kvadrupólový moment společně s vnějším elektrickým polem vytváří významné energetické vlastnosti, které jsou definovatelné pomocí rezonančních kmitočtů. Jedná se v podstatě o stejný jev jako u NMR, kde je podmínkou, aby atomy disponovaly vlastním magnetickým momentem a byly vystaveny vnějšmu magnetickému poli. Počet rezonančních kmitočtů se odvíjí od velikosti jaderného spinu. Jednotlivé rezonanční kmitočty pro základní spiny se dají vypočítat pomocí uvedených vztahů, pro hodnoty vyšších spinů je odvození rezonančních kmitočtů výrazně komplikovanější. V NMR jsou to atomová jádra s jaderným spinem $\geq 1/2$, která disponují magnetickým dipólovým momentem, zatímco u NQR jádra se spinem ≥ 1 , která disponují elektrickým kvadrupólovým momentem, energie jsou v těchto atomových jádrech rozděleny gradientem pole.

4.1 NQR a detekce výbušnin

Pozemní miny jsou zákeřnou zbraní. Po celém světě umírají lidé právě kvůli kontaktu s nimi. Skryté v půdě, několik centimetrů pod zemským povrchem připraví o život více než deset tisíc lidí za rok. Na mnoha územích světa se již neválčí, přesto jsou zde miny jako pozůstatek z válek. Dříve se miny hledaly pomocí detektorů kovu. Dnešní technologická úroveň nevyžaduje při výrobě použit větší podíl kovů, zejména pak samotný obal miny bylo možno nahradit plastem. Problém tak přechází z detekce kovu přímo na detekci trhaviny.



Obr. 9: Ukázka dnešních pozemních min, mnohdy v plastových pouzdrech, vpravo nahoře ukázka protitankové miny

Ostatní dříve používané metody dnes též nedostačují, speciálně vycvičení psi ani metoda detekování výparů výbušných látek neuspěje proti dnešním hermeticky uzavřeným minám. Tyto metody jsou navíc závislé na okolních jevech jako jsou povětrnostní podmínky či vlhkost půdy. Většina trhavin je krystalické struktury a obsahuje dusík, chlor nebo brom. Rozložení kladného náboje zmíněných prvků není kulové, obsahuje kvadrupólový moment. Proto je možno trhaviny díky metodě NQR detekovat a co více – zjistit, o kterou konkrétní sloučeninu se jedná.

4.2 Historie NQR

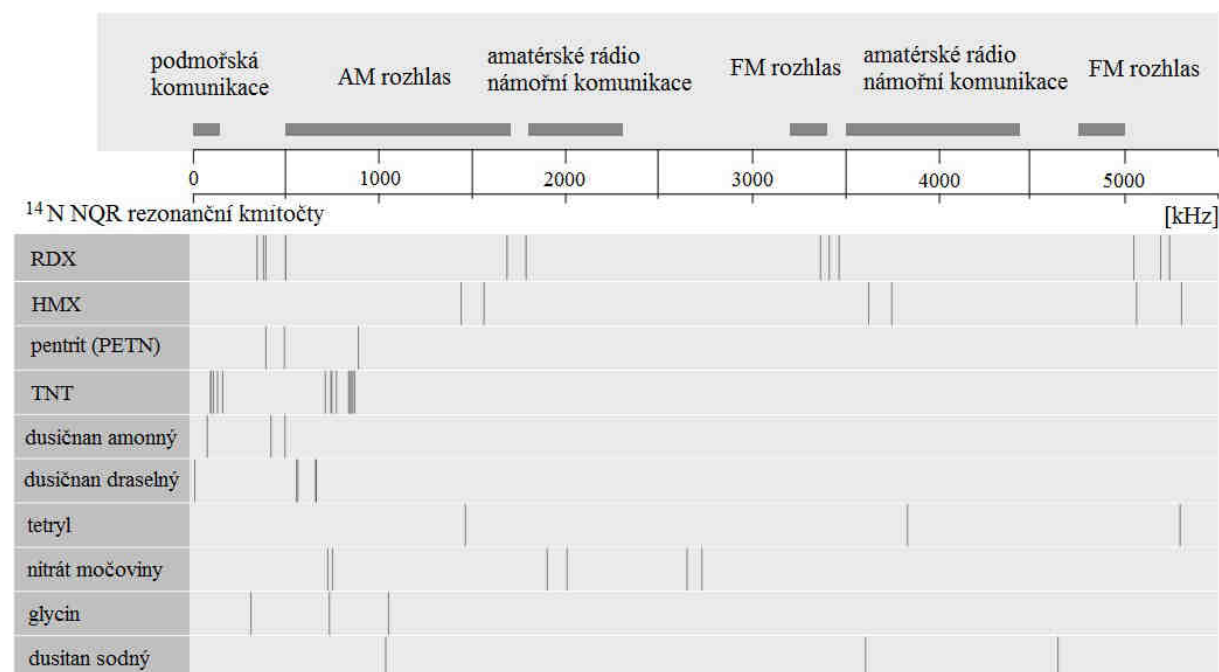
Zajímavostí je, že ihned po objevení NQR se spekulovalo o využití pro detekci výbušnin. Krátce po druhé světové válce věřila britská armáda v nalezení účinné metody detekce výbušnin, průkopník NMR Robert Pound se obával spolehlivosti, která souvisela s potřebou homogenního magnetického pole. Začal se tedy zabývat metodou NQR. Roku 1951 prezentoval slibné výsledky, ovšem z neznámých důvodů nepokračoval ve výzkumu tímto směrem. Až po deseti letech se jiní vědci začali zabývat myšlenkou, že by tato metoda mohla přinést ovoce. Vývoj se odehrával povětšinou v akademických laboratořích ve Spojených státech a v Evropě, zajisté existoval zájem ze strany armády i komerční sféry. Výzkum metody NQR pro detekci výbušnin probíhal od roku 1987 v laboratořích amerického námořnictva, firma Quantum Magnetics zkoumá NQR od roku 1993. Všechny snahy od padesátých let dvacátého století zakládaly na faktu, že většina výbušnin obsahuje nějaké sloučeniny dusíku. Střelný prach, jedna z nejstarších výbušnin, byl namíchan už před sedmi stoletími z dřevěného uhlí, síry a dusičnanu draselného. V 19. století spatřila světlo světa další výbušnina - trinitrotoluen (TNT), taktéž na bázi dusíku. [4]

V dubnu 1995 odpálil americký válečný veterán Timothy James McVeigh federální budovu ve městě Oklahoma City, tento čin, při kterém zahynulo 168 lidí, byl považován za

nejkrvavější teroristický útok před zářím 2001. Použil při něm po domácku vyrobenou bombu, jejíž hlavní přísadou byl dusičnan amonný, jinak používaný jako zahradnické hnojivo.

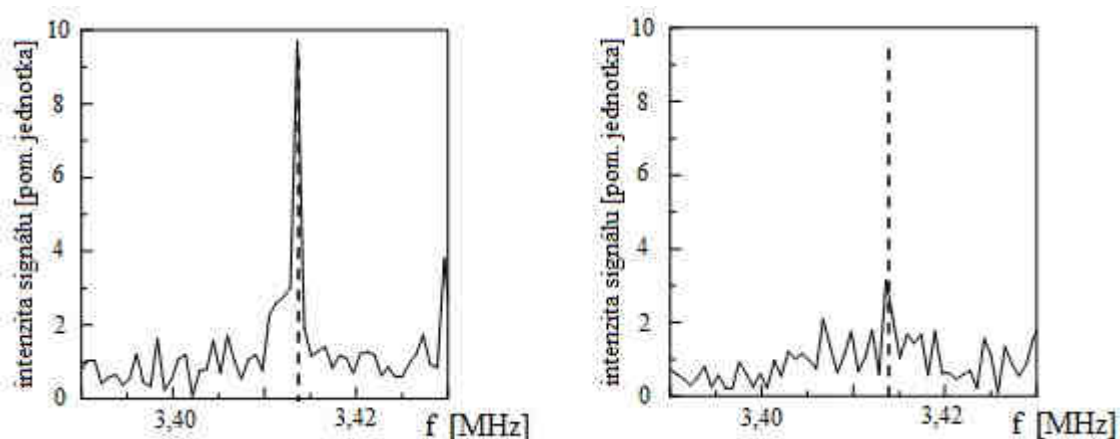
4.3 Současná praxe

Ačkoliv se tato technika jeví jako velice slibná, je v současné době armádou zatím završovaná kvůli rychlosti detekce výbušnin např. při odminovávání cesty. Nicméně je metoda NQR velmi vhodná pro funkci potvrzování. NQR přístroje tedy doplňují klasické přístroje s úkolem najít náslapné miny, klasické přístroje totiž mohou být až příliš citlivé, tudíž indikující mnoho falešných hlášení. Ve snaze posoudit efektivitu metody v tomto kontextu prováděli američtí vědci pokusy v reálných podmínkách. Dané zařízení bylo schopné detekovat protitankové a protivozidlové miny zakopané pod povrchem cest. Tyto experimenty prováděli jak na suché poušti, tak i v místech s mírným podnebím a vlhkou půdou. Vědci použili mnoho různých typů výbušnin – mezi 5 a 8 kilogramy TNT, mezi 2 a 10 kg výbušniny zvané Comp B, což je kombinace TNT (40%) a cyklotrimethylen-trinitroaminu – lépe známá jako „Royal Demolition Explosive“ či pod zkratkou RDX. Míny byly zakopány do reálných hloubek – od 2,5 cm do 12,5 cm (měřeno od vrcholu výbušniny k povrchu země). Jednalo se o slepé testy, měřící skupina předem neznala rozmístění výbušnin. První sada testů byla provedena v poušti a z důvodu objektivity během dne i v noci. Podmínky dne a noci jsou jistě rozdílné, už jen z důvodu změny chování ionosféry a s tím spojené změny počtu přijímatelných rádiových stanic šířených ionosférickou vlnou na kmitočtech 2 - 35 MHz. Výsledky měření ve dne a v noci se jeví ze statistického hlediska jako shodné. Celková pravděpodobnost úspěšné detekce byla asi 95% a pravděpodobnost falešného poplachu něco mezi 4 a 7%. Druhá sada testů probíhala v mírných podmínkách, detekce TNT výbušnin nebyla tak úspěšná jako na poušti, nicméně detekce RDX vykazovala srovnatelné hodnoty – opět okolo 95%, pravděpodobnost falešných poplachů asi 5%. [4] Na obr. 11 lze pozorovat rezonanční kmitočty vybraných druhů trhavin v poměrně širokém pásmu od 0 do 5,5 MHz.



Obr. 10: Spektrální odezva při detekci dusíku ^{14}N metodou NQR pro vybrané trhavin (upraveno z [4])

Americké testy jasně ukázaly možnost detekce protitankových min pomocí metody NQR, bohužel protipěchotní miny, které obsahují pouze něco okolo 50 g výbušniny, jsou problémem mnohem obtížnějším a tlačí citlivost metody k jejím limitům. Testy z roku 2003 jasně ukázaly některé praktické problémy, které omezují citlivost detekce s použitím NQR. Za poslední roky se američtí vědci s podporou laboratoří amerického námořnictva a soukromého sektoru snažili překonat problémy s cílem vyrobit dostatečně robustní přenosné zařízení, které dokáže detekovat miny rychle a spolehlivě i v drsných podmínkách. Udělali slušný pokrok ve zvýšení citlivosti přístroje a v imunitě vůči rušení a zdokonalili použití metody natolik, že je detekce protipěchotních min realitou. [4]



Obr. 11: NQR signál přijatý japonskými vědci ze vzorku 100g RDX, čas detekce 2 min, vlevo hloubka 5 cm, vpravo hloubka 10 cm, převzato z [5]

Japonské testy na obr. výše ukazují, že problém detekce prudce narůstá s rostoucí hloubkou. Trhaviny, které byly umístěny 15 cm pod povrchem země prakticky nebylo možné detekovat ve dvouminutovém časovém intervalu a hloubka 17 cm je limitní hodnotou použité aparatury.

Japonským vědcům, kteří prováděli testování obdobné aparatury jako Američané a testovali stejné typy trhavin, trvalo rychlé skenování RDX asi 2 sekundy, zatímco skenování trhaviny TNT celých 200 sekund. Rozdíly jsou způsobeny různými relaxačními časy každého z materiálů [5].

Skryté výbušniny většinou přicházejí v jiných formách než ve formě min, potřebné detektory je možné vyrobit podobným způsobem. Ve větších zařízeních se na stejném principu dá instalovat větší cívka a tím je možno detekovat větší předměty, třeba i celou dodávku. Členové britské laboratoře Defense Science and Technology Lab zkonstruovali zařízení pro detekci výbušnin na bázi dusičnanu amonného v kufrech automobilů či nákladovém prostoru dodávek. Výsledky ukázaly, že elektromagnetické pole poměrně hladce pronikne do vozidla a detekce může být úspěšná.

Snahy Američanů vyvinout účinné a efektivní zařízení pro detekci výbušnin zesílily po aféře Lockerbie – konkrétně letu Pan Am 103, jednalo se o Boeing 747, který mířil 21. prosince 1988 z londýnského Heathrow na newyorské letiště Johna F. Kennedyho. Tento let byl ukončen explozí československé trhaviny Semtex.

Brzy po aféře Lockerbie Miller a jeho kolegové z laboratoří amerického námořnictva licencovali tuto technologii firmě Quantum Magnetics, která vyrobila řadu prototypů určených na skenování zavazadel. Cílem bylo zařízení, které by kromě detekce nebezpečné látky tuto látku v rámci podezřelého zavazadla i označilo, lokalizace v jedné souřadnici není problém, vyžaduje pouze soustavné snímání zavazadel na posuvném pásu. Dvourozměrná

detekce by vyžadovala otočení zavazadla o 90° a opětovné skenování, třírozměrná detekce pak ještě další data. Tudíž třírozměrná detekce není nic snadného ani rychlého, navíc by zřejmě potřebovala asistenci personálu, který by zavazadlo vždy otáčel do požadované orientace. Řešení tohoto problému je použít 2 cívky současně, vzájemně otočené o 90° a s náklonem 45° k pásu. Přestože toto řešení nepřináší zcela spolehlivé snímání v každém detailu, poskytuje dvojrozměrnou detekci již při jednom průchodu detektorem.

Ukázkou přístroje, který se dnes vyskytuje na moderních letištních terminálech, může být detektor firmy QRSciences Limited s názvem T3-03, který je schopen zkontrolovat až 200 zavazadel za hodinu, nebo např. společný produkt firem Rapiscan Systems a QRSciences Limited s názvem QXR 1000, viz obr. 12.



Obr. 12: Scanner zavazadel QXR 1000, který kombinuje využití rentgenových paprsků a NQR (dle [1])

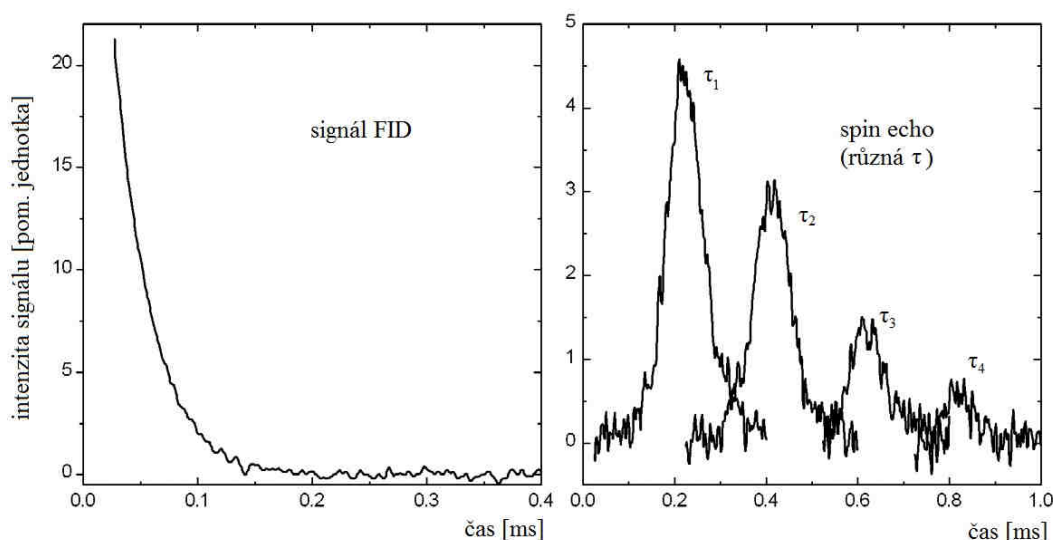
4.4 FID, echo, spin echo

Snímání jednotlivých FIDů (z angl. *Free Induction Decay*, tedy volně indukovaný signál) je jistě prvním krůčkem detekce NQR, zejména pak při experimentování a výzkumu. Avšak u metody NMR se dnes využívají metody pro zefektivnění snímání, např. za účelem zvýšení poměru signálu ku šumu. Stejně tak lze obdobné techniky využít i v případě NQR. Techniky pro snímání látek se dělí na dvě základní skupiny. První z nich je nazývá technika „SSFP“ (*Steady-State Free Precession*). Jedná se o velmi účinnou metodu pro detekci látek s krátkým spin-mřížkovým relaxačním časem T_1 (např. RDX). Využívá ustáleného souvislého signálu, který je vysílán sondou do vzorku. FIDy neboli echa se formují v průběhu vysílání refokusačních impulzů a vytvářejí v čase tzv. echo train (obr. 14). [14]

Při použití techniky SSFP by čas jednotlivých repetic měl být menší nebo roven času T_2^* (ten je nepřímo úměrný šířce čáry v čase). Techniky SSFP se dělí na identicky a různě fázované.

Druhou možností, která vyžaduje použití minimálně dvou impulzů je technika „SLMP“ (*Spin-Locking Multi-Pulse*), která využívá tzv. spinová echa. První impulz v sérii se nazývá excitační, následující impulzy jsou tzv. refokusační. Tuto metodu je lepší použít pro látky s delším relaxačním časem T_1 (např. PETN). Do této skupiny spadá většina zkoumaných látek. Výhodou spin echa je zvýšení poměru SNR. Jedná se o speciální vlastnost nukleární rezonance, kdy se elektromagnetická energie neuvolní najednou, ale rozmělní se v čase,

případně se zesílí dalšími RF impulzy. Z výchozího stavu se jaderné spiny přijetím energie ve formě RF impulzu rozkmitají. Jednotlivá jádra a jejich různé konstelace mají různé rezonanční kmitočty, začnou tedy v podstatě desynchronizovaně kmitat. Spinová ozvěna je vyvolána pomocí specifického sledu impulzů, ty způsobí vybuzení spin echa. Zjednodušeně je podle [4] možno představit si tuto spinovou ozvěnu jako skupinu běžců, stojících na startovní čáře. Po zaznění výstřelu (respektive přijetí RF impulzu) všichni vyběhnou, přirozeně každý běží jinou rychlostí, takže se po chvíli jejich vzdálenost od startu rozrůzní. Stejně jako v experimentu – jaderné spiny rezonují na lehce rozdílných kmitočtech. Součtem těchto signálů s posunutou fází je malý výsledný signál. Nyní si představme, co by se stalo, kdyby rozhodčí pískli a běžci by měli za úkol rozběhnout se přesně na opačnou stranu. V ten moment by každý z nich byl na jiném místě trati a vrátili by se stejným tempem zpět na start. V případě nukleární rezonance slouží druhý impulz k opětovné synchronizaci. Takových impulzů je možno vytvořit několik za sebou a tím amplitudu echa zesílit. Echo je pak v čase jasně rozeznatelné, projeví se tvarově jako zrcadlená odezva FID (viz obr. 13). [12]



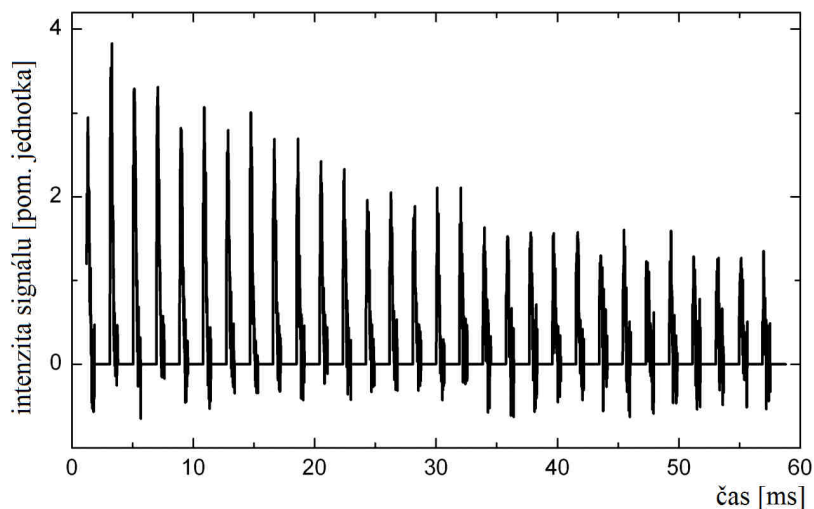
Obr. 13: Vlevo průběh FID signálu, vpravo echa pro různé časy mezi refokusačními impulzy τ ($\tau_1 = 0,2$ ms, $\tau_2 = 0,4$ ms, $\tau_3 = 0,6$ ms, $\tau_4 = 0,8$ ms) (dle [14])

Amplituda spin echa závisí nepřímo úměrně na hodnotě τ (vzájemná vzdálenost refokusačních impulzů). Optimální doba opakování impulzů je dle [12] asi $5/4$ hodnoty T_1 .

Pro vyvolání spin echa je nutno dodržet dané parametry a to v závislosti na typu echa. Jedná se zejm. o frekvenci, délku impulzů, tvar, přesné časování refokusačních impulzů a další. Existuje řada definovaných typů sekvencí k vyvolání spin echa. Nejjednodušší sekvencí, používanou v NMR pod názvem CPMG je tzv. „SLSE“ sekvence (z angl. *spin-lock-spin-echo*). Pro vyvolání spin echa SLSE je nutno, aby doba mezi excitačním impulzem a prvním refokusačním impulzem byla dána časem $\tau/2$ a aby následující refokusační impulzy byly odděleny časem τ , správná volba τ je důležitá pro dobrý poměr SNR. Použití sekvence SLSE navíc kromě zvýšení poměru SNR přináší potlačení zákmitů.

Běžné spin echo vyvolané SLSE sekvencí lze vybudit již dvěma impulzy, nejjednodušší echo se nazývá Hahnovo echo. Mezi další typy budících sekvencí patří např. „PASLSE“ (*phase-alternated spin-lock-spin-echo*), „SLIME“ (*spin-lock-inversion-midecho*), „NPAPS“ (*non-phase-alternated pulse sequence*) nebo „PAPS“ (*phase-alternated pulse sequence*).

Série spin ech se nazývá „*spin-echo train*“ a její doznívání je definováno konstantou T_{2e} , přičemž je tato konstanta nepřímo úměrná hodnotě času mezi refokusačními impulzy označovaná τ . Sonda ve skutečnosti není schopná okamžitě po vyslání sondy přijímat odezvu, zbytkový signál RF impulzu se svým koncem překrývá se začátkem odezvy. Tento limitující parametr se nazývá zotavovací čas nebo čas obnovy a označuje se τ_R .



Obr. 14: Časový průběh série odezev tzv. "spin-echo train" (dle [14])

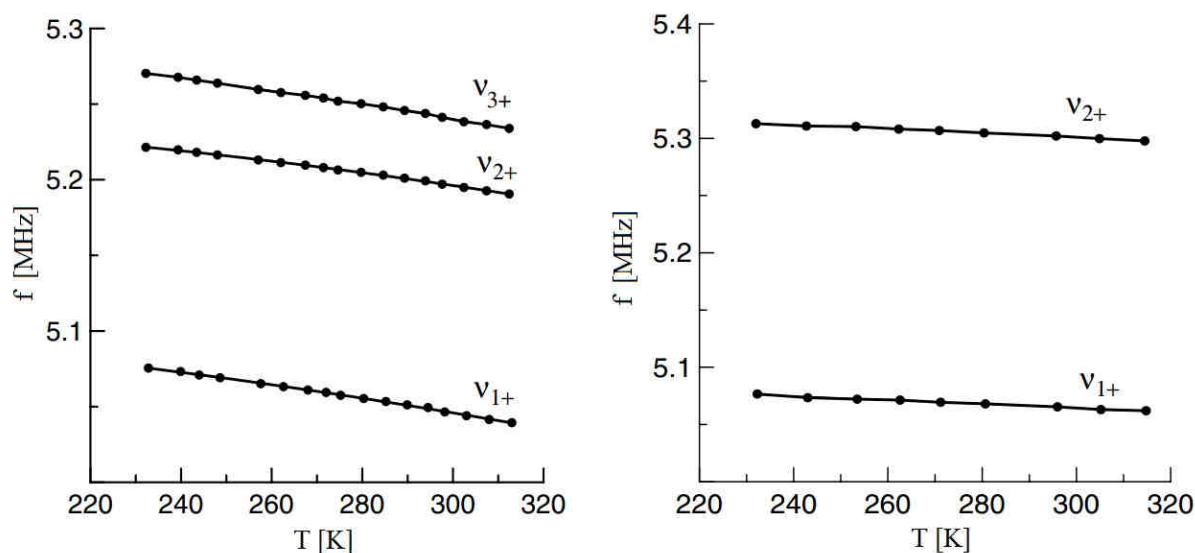
4.5 Problémy detekce NQR

Metoda NQR s sebou nese řadu problémů, prvním je skutečnost, že signály, které je nutno zpracovat jsou obecně velmi slabé, mají tendenci se ztrácet v okolním tepelném šumu. Energetická úroveň vyslaného a přijatého signálu se může lišit až o 12 řádů. Jedná se o podobnou situaci jako u radaru, který ale většinou detekuje „známý“ signál a s výhodou tak používá přizpůsobený filtr. Vysílaný signál má obvykle výkon v řádu W až kW, zatímco přijímaný signál je velmi slabý, řádově μW až nW . Další problém nastává v odezvě – bez speciálních obvodových úprav (zejm. přizpůsobení) vysílací cívky jsou odrazy energie na této „anténě“ přítomny ještě několik milisekund po vyslání impulzu. Reakce kvadrupólového momentu je ovšem vybuzena daleko dříve a musí být měřena v těsném sledu (maximálně v řádu milisekund) po vyslání impulzu.

Dalším zásadním problémem je elektromagnetické rušení přijímané z okolí, způsobené např. nedalekými AM vysílači či jinou elektronikou v okolí. V případě užití NQR např. pro detekci zavazadel při letištních kontrolách je tento problém poměrně snadno řešitelný, stačí detekční zařízení umístit do uzemněné kovové komory. Problém nastává v situaci, kdy chceme měřit ve volném prostoru, venku se vysokofrekvenčnímu rušení nevyhneme. Řešení, které přijali ve firmě Quantum Magnetics spočívá v použití více antén - první anténou snímáme podezřelý prostor a druhou pak rádiové pozadí - okolní rušení, které je tak možno od výsledného signálu odečíst.

Přesné hodnoty rezonančních frekvencí jsou ovlivněny řadou faktorů, např. přesnou strukturou materiálu. Pokud byl zkoumaný materiál ponechán dlouho relaxovat, projevílo se to na změně krystalické struktury a posuvu rezonančních frekvencí.

Jako další problém se jeví teplotní gradient zkoumaného materiálu. Pokud je mina skryta několik cm pod povrchem a z horní strany intenzivně svítí slunce, je tento gradient i několik desítek °C. Kovové součástky v okolí nemají přílišný vliv. Okolní teplota má významný vliv na hodnoty frekvence NQR, časy T_1 , T_2 a T_{2e} se s rostoucí teplotou snižují, rezonanční kmitočty se posouvají směrem dolů (viz obrázek 15). Menší, ale nezanedbatelný vliv má též okolní tlak.



Obr. 15: Teplotní závislost rezonančních kmitočtů ^{14}N dusíku vlevo RDX, vpravo HMX (upraveno z [13])

Problémem může být též přítomnost magnetického pole, NQR frekvence se v jeho přítomnosti totiž posouvají a rozšiřují, případně zcela zanikají. Tento efekt se nazývá Zeemanův jev.

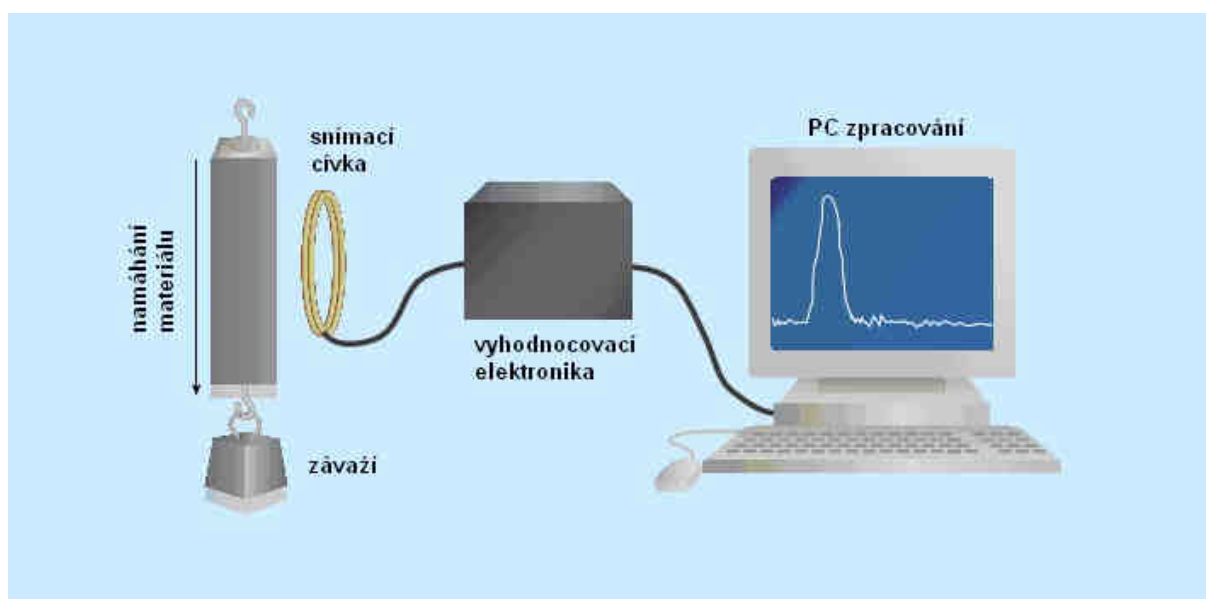
4.6 Další možnosti využití NQR

Detekce výbušnin je většinou založena na přítomnosti izotopu dusíku ^{14}N . Mimo detekci výbušnin je možno princip kvadrupólové rezonance využívat i v řadě jiných odvětví. Lze detekovat různé další chemické látky, např. ty na bázi chloru, bromu, lithia atd. Lze detekovat např. drogy, narkotika totiž často obsahují některý z detekovatelných izotopů.

Demonstrována byla metoda NQR na přiměřeném množství heroínu, drog na bázi kokainu a dalších. Nutností byla ovšem vysoká citlivost měřicí soustavy. Problémem drog je fakt, že jejich transport se neomezuje na jednu formu sloučeniny, obsahují mnoho příměsí, zkrátka se velmi různí. Pro detekci konkrétní sloučeniny s kvadrupólovým momentem je typická skupina spektrálních čar na definovaných kmitočtech – ty se vlivem příměsí mohou různě posouvat a rozšiřovat, proto je detekce drog pomocí metody NQR zatím málo spolehlivá.

Ve spektrální oblasti je vidět mnoho jevů, které běžnými metodami nelze pozorovat. Modifikace spektrálních čar při změně výrobního procesu lze s výhodou využít například ve farmaceutickém či chemickém průmyslu, při odchylce ve spektru lze tento výrobní proces kontrolovat a případně upravovat. V námořních laboratořích zjistili, že šířka spektrálních čar výbušnin RDX koreluje s citlivostí k detonaci a to je důležitý parametr výbušnin pro manipulaci s ní.

V mnoha krystalických látkách se vady v obalech atomů, tedy poruchy ve struktuře projevují napětím v mikroskopickém měřítku. Takové poruchy mohou mít v některých aplikacích fatální následky. Ve spektru se tyto poruchy zobrazují velmi efektivně, např. zmiňovaným posuvem spektrálních čar. Díky spektroskopii je tedy možno takové poruchy účinně sledovat a předcházet jim. Ve strojírenství existuje rozsáhlý obor nedestruktivní analýzy, který si od NQR hodně slibuje. Pomocí NQR by bylo možno např. testovat vyztužené kompozitní materiály, ty se dnes používají velmi hojně i v běžných oblastech např. při výrobě tenisových raket. Tyto materiály nejsou příliš krystalické a obvykle neobsahují významné množství kvadrupólových jader. Problém je možno řešit dvěma způsoby – prvním z nich je zanesení potřebného množství atomů obsahujících kvadrupólový moment do struktury materiálu již při výrobě, druhou možností je zanesení těchto atomů na povrch již vyrobené látky. Zkoušky sklolaminátových kompozitů s atomy obsahujícími kvadrupólový moment potvrdily, že NQR poskytuje citlivou nedestruktivní metodu. [4]

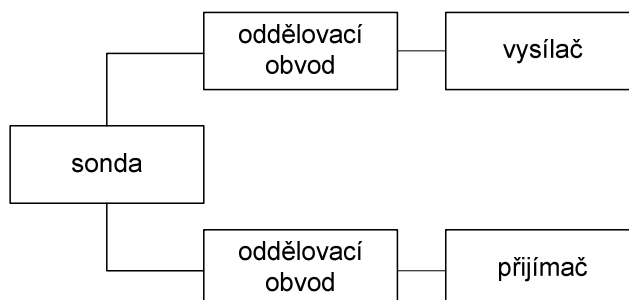


Obr. 16: Příklad měřicí aparatury pro měření napětí v materiálu pomocí NQR upraveno ze [4]

Fenomén NQR nastiňuje ještě ambicióznější plány. Mnoho výzkumných týmů po celém světě (Národní Universita Córdoba Argentina, německá Univerzita Ulm, americký Michigan Technological University) ukázalo potenciál NQR pro snímání a prostorovou lokalizaci mechanického napětí. Tyto snahy ukazují, že jednoho dne by bylo možno získat detailní snímky rozložení teploty, napětí, chemického složení či chemické čistoty. S uvažováním rychlosti, s jakou se magnetická rezonance přesunula z laboratoře do nemocnic, nemusí být podobná myšlenka utopií.

5 Obvodové řešení NQR detektoru

Sonda je tvořena rezonančním obvodem s vysokým činitelem jakosti Q . Oddělení jednotlivých částí zajišťují obvykle křížně zapojené, tzv. antiparalelní diody v kombinaci s dalšími obvody, např. filtry pásmové propusti, vedením délky $\lambda/4$, transformátorem, atd. viz kapitola oddělení a přizpůsobení. Jako vysílač může být využit generátor harmonického signálu požadovaného kmitočtu, který je pomocí jednoduchého OOK (on-off keying) modulátoru vyřezáván a vysílán do vzorku. Signál získaný ze vzorku je zesílen předzesilovačem, filtrován a dále zpracováván. Zpracování může probíhat analogově nebo číslicově, pro číslicové zpracování je třeba využít analogově digitální převodníky. Aplikací Fourierovy transformace na časové průběhy obdržíme kýžené amplitudové kmitočtové spektrum signálu.



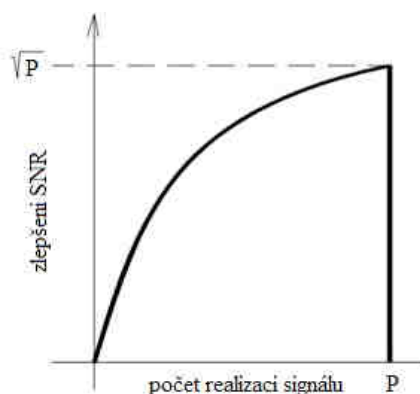
Obr. 17: Jednoduché blokové schéma NQR detektoru

5.1 Zajištění citlivosti příjmu

Dostatečná citlivost příjmu je zásadní pro systém s energetickou bilancí, jakou má právě NQR detekce. Pro odrušení by měla být měřicí aparatura umístěna do uzemněné vodivé komory, samotná měřicí sonda pak podobně odstíněná být musí. Pro napájení zesilovačů by bylo vhodné využít akumulátorů. Výpočetní technika by měla být umístěna mimo měřicí aparaturu, zejména pak jejich zdroje. Spínané zdroje představují silný zdroj rušení.

Přiložením magnetického pole dojde vlivem Zeemanova jevu k rozladění rezonančních kmitočtů NQR, tedy ke zdánlivému vymizení kvadrupólové rezonance na sledovaných frekvencích. Znalost tohoto jevu lze využít pro analýzu požadovaného NQR signálu ve směsi ostatních signálů. Pokud na zkoumaný vzorek aplikujeme okamžitě po snímání NQR na okamžik magnetické pole, NQR vymizí, a obdržený výsledek odečteme od dříve získaného signálu, výsledkem bude čistý NQR signál.

Vyhodnocení signálu z jedné realizace je podle zkušeností doktora Kubáska z ústavu UTEE možné aplikovat pouze na látky s velice silnou odezvou FID. Jednou z takových látek je např. vzorek chlorečnanu draselného. Limitujícím faktorem je citlivost pracoviště a správné odchytní odezvy. Řešením, které používají ve firmě Prototypa, je využít metodu kumulace vzorků. Použité softwarové řešení zobrazuje závislost intenzity signálu, resp. magnetizace ve směru B_1 na kmitočtu a v reálném čase s narůstajícím počtem repetíc zobrazuje vynoření signálu z šumu, k tomu je zapotřebí několik stovek až tisíce realizací. Signál NQR naroste přímo úměrně odmocnině počtu realizací (repetic), zatímco náhodný šum vlivem integrace poklesne k nule. Z hlediska signálů se jedná o kumulační metodu s rovnoměrnými vahami a pevným oknem, průběh zlepšení signálu popisuje následující graf.



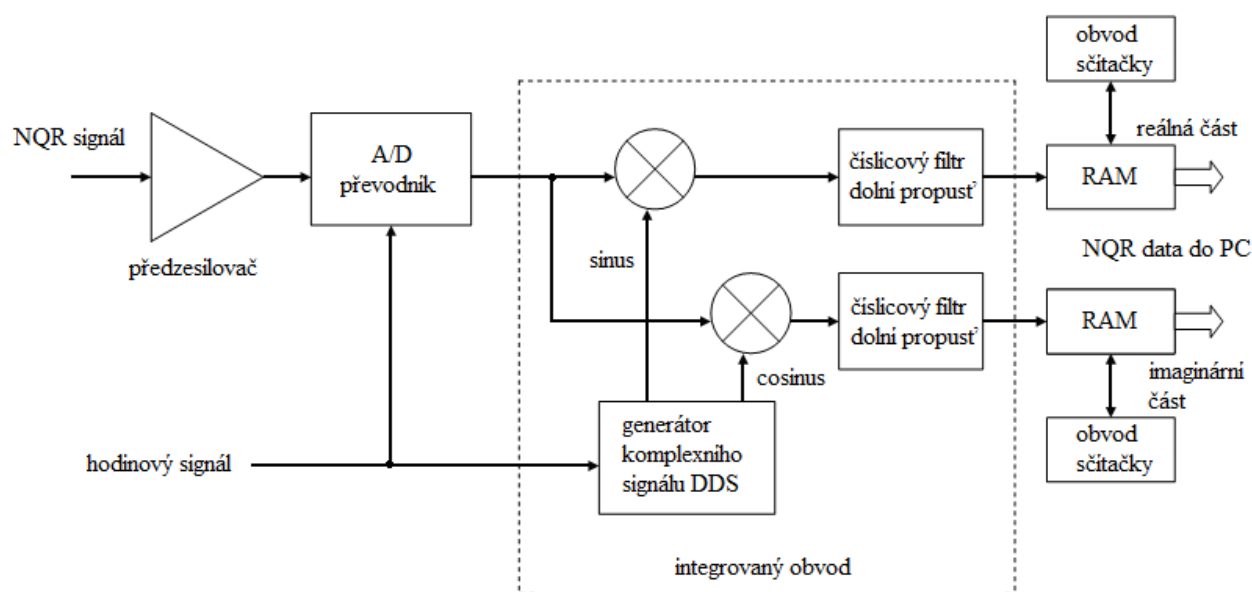
Obr. 18: Průběh zlepšení signálu k šumu kumulační metody v závislosti na počtu realizací

Aplikace kumulační metody vyžaduje synchronizaci zdroje signálu s větví zpracování, ta je zajištěna při využití digitálního zpracování signálu pomocí desky radioprocesoru.

Kmitočtové pásmo, ve kterém je aktivní NQR, je velmi exponované (viz obr. 11). Pro potlačení okolních signálů a šumů je vhodné např. využitím další antény snímat radiofrekvenční okolí a toto okolí v reálném čase odečítat od signálu získaného primární měřicí anténou.

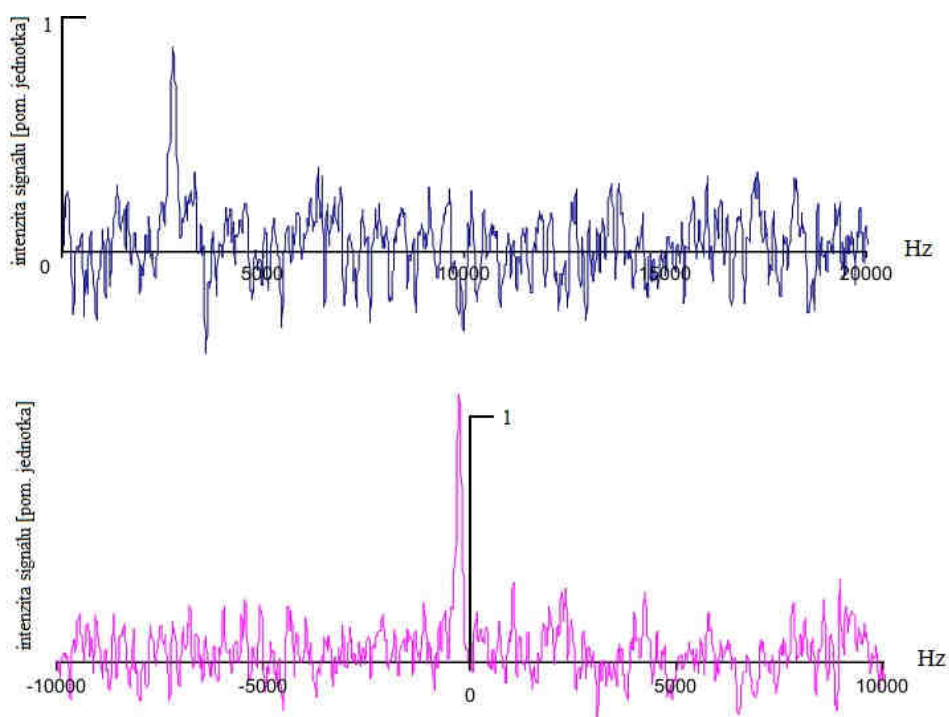
Francouzští vědci Pannetier-Lecoeur, Fermon, Dyvorne využívají pro zvýšení citlivosti příjmu při svých pokusech s NQR hybridní sondy, která využívá supravodivou smyčku chlazenou na 77 K, díky tomu jsou schopni naměřit magnetickou indukci v řádu femto-Tesla. [1]

Pro číslicové zpracování dat je vhodné použití kvadraturního demodulátoru (obr. 19) [15]. Výhodou **kvadraturní detekce** je teoretické zvýšení citlivosti $\sqrt{2}$ krát, což lze pozorovat na obrázku 20. Kvadraturní signál obsahuje synfázní složku I a o 90° fázově posunutou kvadraturní složku Q. Dosažení teoretické přesnosti vyžaduje přesnou fázi obou signálů, proto je použit obvod přímé číslicové syntézy (z angl. *Digital Direct Synthesis*, resp. *Frequency Synthesis*) „DDS“ též „DDFS“, který umožňuje vytvořit požadovanou dvojici nezávislých výstupů [16]. Výhodou DDFS je fakt, že přesná fáze může být dosažena při libovolné frekvenci, což zajišťuje širokopásmovost.



Obr. 19: Princip kvadraturní detekce (upraveno z [13])

Na obrázku níže jsou vidět rozdíly jednokanálového a kvadraturního zpracování, osovou souměrnost kvadraturního detektoru kolem nuly a zejména vyšší úroveň přijímaného signálu.

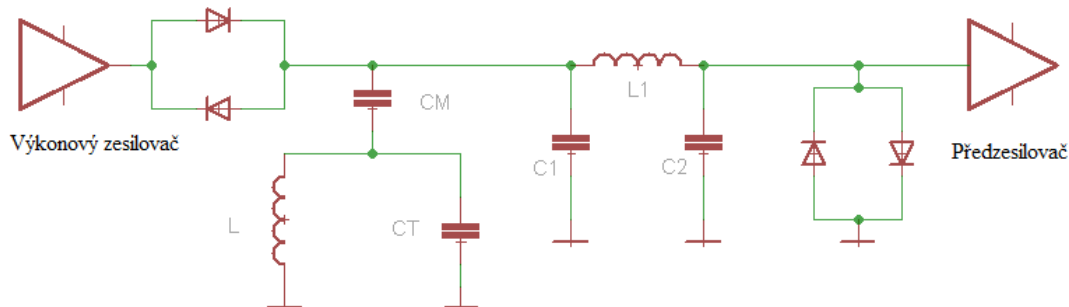


Obr. 20: Srovnání spekter jednokanálové a kvadraturní detekce (upraveno z [15])

5.2 Paralelní rezonanční obvod

Tento typ rezonančního obvodu má v rezonanci definované známým Thomsonovým vztahem maximální napětí, které je ve fázi s proudem zdroje. Paralelní rezonanční obvod (PRO) má velký odpor, v obvodu je nutno použít přizpůsobovací (vazební) kondenzátor C_M , v praxi se oproti obvodu sériové rezonance vyznačuje problematickým laděním (obvykle dvou prvků, ve schématu níže kapacitních trimrů C_T a C_M , které se vzájemně ovlivňují). Činitel jakosti je přímo úměrný velikosti rezonančního odporu (představuje ztráty reálné cívky a kondenzátoru). Z teorie dále víme, že na tomto obvodu je při rezonanci nakmitán Q -krát větší proud, který protéká mezi prvky L a C , proto musí být na takový proud dimenzované. Rezonanční křivkou je průběh modulu napětí v čase s maximem na rezonančním kmitočtu. Činitel jakosti je definován dle:

$$Q = \omega CR = \frac{R}{\omega L} = R \sqrt{\frac{C}{L}} \quad (13)$$



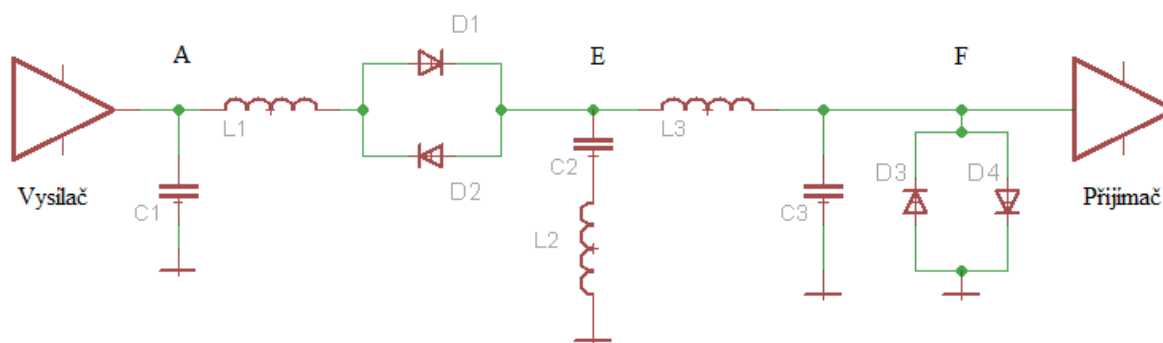
Obr. 21: Základní schéma NQR detektoru paralelní rezonance (L představuje cívku se vzorkem)

5.3 Sériový rezonanční obvod

Typickými vlastnostmi SRO jsou malý odpor, linearita, relativní širokopásmovost a nutnost použít přizpůsobovací transformátor. Výhodou je, že ladění obvykle probíhá jedním kapacitním trimrem. Činitel jakosti SRO je definován následovně:

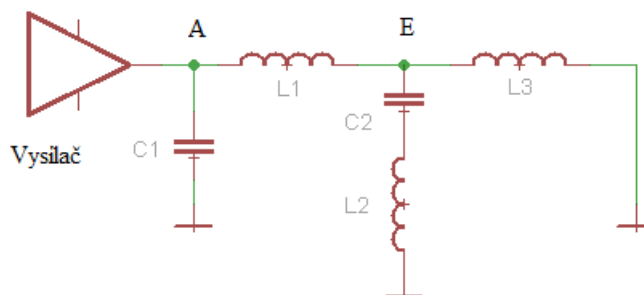
$$Q = \frac{\omega L}{R} = \frac{1}{\omega CR} = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L}{C}} \quad (14)$$

Následující obvodové řešení (převzato z [11]) vyžaduje ladění každé jednotlivé frekvence zvlášť, nejedná se o širokopásmový systém. Šířka pásma v rozmezí 1 - 20 MHz. Zásadní je správné naladění do rezonance. Ochranu zesilovače tvoří křížné diody D_3 a D_4 . Technické řešení se mnohdy vyznačuje protichůdnými požadavky, proto nelze uvádět formulace, které by optimalizovaly systém ve všech směrech. Je proto nutný kompromis - nutno rozhodnout, které funkce mají největší prioritu a ty optimalizovat. Páry diod $D_1 - D_2$ a $D_3 - D_4$ hrají v obvodu podstatnou roli. Můžeme se je představit jako zkrat pro velkou amplitudu vysílaného impulsu a jako rozpojené pro malý signál, respektive signál FID, generovaný v cínce L_2 . Předpokladem pro funkčnost následujícího zapojení je nastavení jednotlivých reaktančních párů $L_1, C_1; L_2, C_2$ a L_3, C_3 do rezonance na pracovní frekvenci.



Obr. 22: Celkové zjednodušené schéma NQR detektoru, kde L_2 představuje cívku se vzorkem (zapojení převzato z [11])

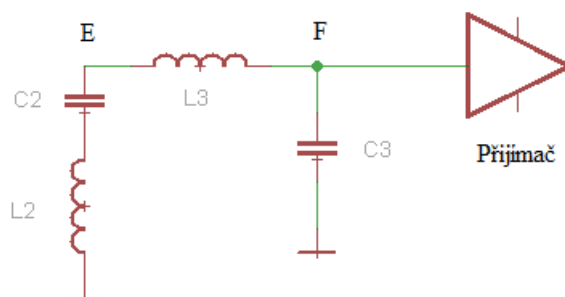
Při vyslání RF impulsu je možno schéma uvedené výše zjednodušit následujícím zapojením. Diody představují zkrat, sériově laděná kombinace L_2, C_2 představuje velmi malou impedanci vůči paralelně připojené indukčnosti L_3 . V důsledku toho se dá zbytek obvodu zanedbat.



Obr. 23: Zjednodušené ekvivalentní schéma NQR detektoru v okamžiku vysílání RF impulsu

Vysoká impedance v bodě A zajišťuje efektivní přenos výkonu z vysílače do cívky L_2 . Na přijímací straně naměříme malé napětí. To je způsobeno dvěma skutečnostmi: bod E má nízkou impedanci vůči zemi (L_2, C_2 v sérii) a diody $D_3 - D_4$ reprezentují zkrat k zemi, takže

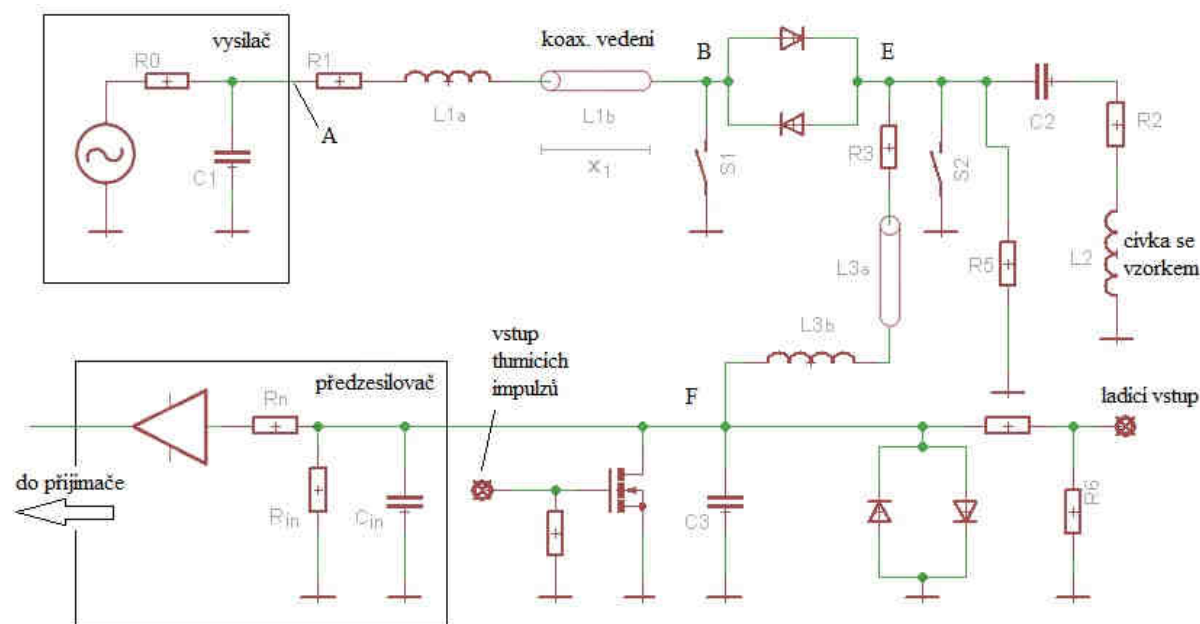
napětí v bodě E je nižší o úbytek na cívce L_1 . Po odeznění vysílacího impulsu se uzavřou diody $D_1 - D_2$ a tím se odpojí vysílač od bodu E. Diody $D_3 - D_4$ se uzavřou. Výsledkem je obvod ekvivalentní obrázku níže. Větvě s reaktancemi L_2, C_2 a L_3, C_3 reprezentují složený sériový obvod laděný na danou pracovní frekvenci. Signál odezvy FID přichází do cívky L_2 a je přijímán v bodě F, který má vysokou impedanci vůči zemi, ta je důležitá pro zajištění dobrého poměru signál-šum.



Obr. 24: Zjednodušené ekvivalentní schéma NQR detektoru v okamžiku příjmu odezvy

5.4 Praktická realizace sériového rezonančního obvodu

Realizace obvodu je komplikovanější. Systém sestává ze tří částí laděných na stejnou frekvenci: vysílací obvod (R_1, L_1, C_1), obvod cívky se vzorkem (R_2, L_2, C_2) a vstupní obvod předzesilovače ($R_3, R_{in}, C_{in}, C_3, L_3$). Předpokladem je vysoká jakost jednotlivých částí v okamžiku rezonance. Vysílač je aproximován interním napěťovým generátorem zapojeným v sérii s výstupním odporem R_0 . Odpor R_1 pak odpovídá ztrátám indukčností L_{1a} a L_{1b} . Interní kapacita zdroje je laděna v sériové kombinaci s náhradní indukčností L_{1a} a koaxiálním kabelem délky x_1 s indukčností L_{1b} . Koaxiální kabel má délku odlišnou od násobků $\lambda/4$ a je vždy zakončen impedancí menší než charakteristická impedance Z_0 . Splněním nerovnosti $0 \leq x \leq \lambda/8$ je zajištěna vhodná délka. Kabel se chová jako reaktance $X = Z_0 \tan(2\pi x_1/\lambda)$. Spínače S_1 a S_2 jsou otevřené po celou dobu vysílání a příjmu, sepnuté jsou pouze v okamžiku ladění a měření činitele jakosti Q .

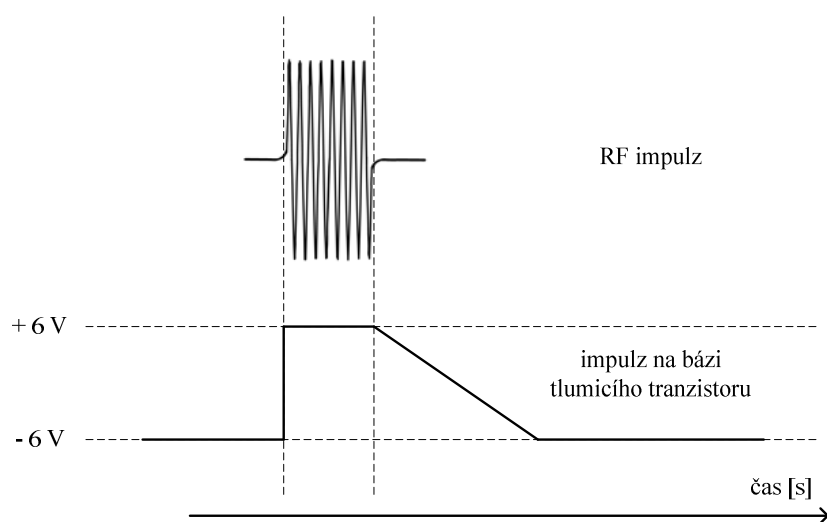


Obr. 25: Celkové schéma zapojení NQR detektoru sériové rezonance (převzato z [11])

Cívka L_2 obepíná vzorek těsně, ladění je prováděno sériovou kapacitou C_2 , rezistor R_2 reprezentuje ztráty komponentů. Příklady kapacity C_2 k cívce L_2 mají nezanedbatelný vliv na reaktanci obvodu, celková analýza obvodu je pak o to složitější.

Obvod předzesilovače je připojen přes náhradní indukčnost L_{3b} a úsek koaxiálního kabelu L_{3a} podobně jako u L_{1b} , celková indukčnost ve větvi je potom dána jako součet dílčích indukčností $L_3 = L_{3a} + L_{3b}$. Rezistor R_3 reprezentuje ztráty indukčnosti L_3 . Ladění zajišťuje paralelně zapojená proměnná kapacita C_3' současně s kapacitou předzesilovače C_{in} . Předzesilovač je reprezentován ideálním operačním zesilovačem tj. bezšumový s nekonečnou vstupní impedancí, zapojený s paralelním (bočníkovým) odporem R_{in} , který vyjadřuje generovaný šum a kapacitou C_{in} .

Detektor obsahuje jednoduchý tlumicí obvod, jenž významně snižuje zotavovací čas τ_R , ten je realizován FET tranzistorem a odporem. Zajišťuje urychlení potlačení zákmitů těsně po odvysílání RF impulsu. Pokud je na gate tranzistoru přivedeno napětí 6 V jeví se jako odpor 200 Ω vůči zemi, když je na hradle -6 V chová se jako obvod na prázdno a odpor vůči zemi je asi 10¹¹ Ω . Řízení tranzistoru je voleno pokusnou metodou s ohledem na co nejnižší zotavovací čas τ_R . Lineární pokles tlumicího impulsu eliminuje přídatné rušení.



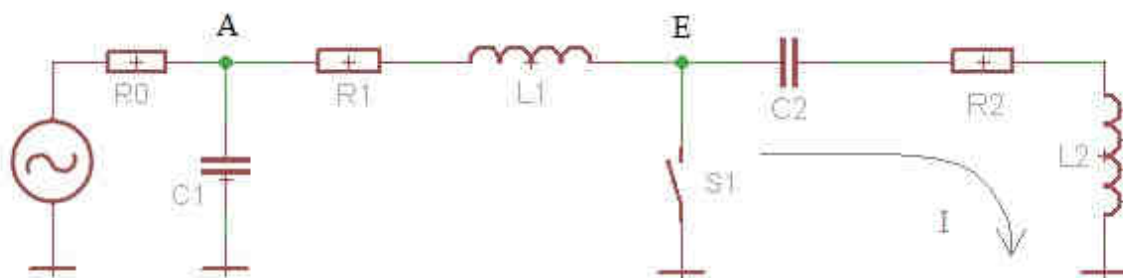
Obr. 26: Časové průběhy RF impulsu a signálu přiváděného na bázi tranzistoru tlumicího obvodu, ve fázi +6 V je zde asi 200 Ω vůči zemi, zatímco ve fázi -6 V cca 10¹¹ Ω (dle [11])

Na vstup ladicího obvodu je připojen generátor harmonického signálu, ten přivádí signál do bodu F, kde může měřit jakost a ladit obvod do rezonance.

Rezistor R_5 slouží ke snížení odporu bodů E a F vůči zemi tehdy, když proud nemůže téct jinudy, např. v situaci, kdy je vazba realizována přes kapacitu. Při absenci rezistoru R_5 se vazba uzavře přes rezistor ladicího obvodu 0,51 M Ω , je-li odpor příliš velký, přechodové jevy z koncového stupně se mohou vázat do předzesilovače přes bod F a degradovat užitečný signál. Hodnota rezistoru 1 k Ω připojená v místě, kde odpor vůči zemi je jen několik ohmů neovlivňuje vysokofrekvenční vlastnosti obvodu. Pokud je stejnosměrná vazba vysílacího zesilovače na zem realizována jinou cestou pak je odpor R_5 možno vynechat.

Hlavní úkoly obvodu vysílače jsou následující: ochrana zesilovače vůči přetížení, dostatečně rychlé utlumení zákmitů po odeznění RF impulsu a získání co největší magnetické indukce B_1 . Zjednodušené schéma obvodu vzniklo ze situace, kdy při vysokém impulsu představují křížné diody zkrat a L_3 je zanedbáno. Pro analýzu obvodu je nutno správně zvolit hodnoty prvků R_1 , C_1 , L_1 , C_2 , R_2 , a L_2 . Hodnota výstupního odporu R_0 je konstantou danou parametry zesilovače.

$$\omega = (L_1 C_1)^{-1/2} = (L_2 C_2)^{-1/2}$$



Obr. 27: Schéma obvodu v průběhu vysílání RF impulsu (zapojení převzato z [11])

Činitel jakosti Q je definován následovně:

$$Q_T = \frac{\omega(L_1 + L_2)}{R_1 + R_2}; \quad Q_T \gg 1 \quad (15)$$

Předpokládá se, že hodnotu L_2 je možno ovlivnit pouze počtem závitů cívky, nikoliv změnou objemu či tvaru. Výpočet hodnoty B_1 se zakládá na konvenci, že magnetická indukce B_1 je jednou z rotujících komponent elektromagnetického pole, odtud polovina amplitudy oscilačního pole. Je-li I_T amplituda proudu, který protéká cívkou během RF impulsu, pak je okamžitá energie v cívce $\frac{1}{2}L_2I_T^2$. Je uvažován stav, kdy se v měřicí cívce nachází nemagnetický vzorek - odtud permeabilita vakua. Na základě znalosti, že polovina celkové energie cívky se nachází ve formě magnetické energie pak lze poměrně přesně určit hodnotu magnetizace B_1 následovně:

$$B_1 = I_T \sqrt{\frac{\mu_0 L_2}{8V}}$$

B_1 ... magnetizace v rovině xy, [T]

μ_0 ... relativní permeabilita vakua; $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m (16)

L_2 ... indukčnost cívky se vzorkem, [H]

V ... objem vzorku, [m³]

I_T ... proud cívkou, [A]

Příjem signálu

Předpokladem pro úspěšný příjem FIDu je dobrý poměr signálu ku šumu. Dalším předpokladem bude neměnná geometrie cívky. Křížné diody jsou v okamžiku příjmu odezvy uzavřené. Tranzistor aktivního tlumícího obvodu je v tomto okamžiku uzavřený a proto představuje velkou impedanci vůči zemi. Za předpokladu vysokého činitele jakosti Q je paralelní kombinace R_{in} a C_3 je nahrazena sériovým ekvivalentem $R_4 = \frac{\omega^2 L_3^2}{R_{in}}$. Předpokladem je již zmiňovaná rezonanční podmínka:

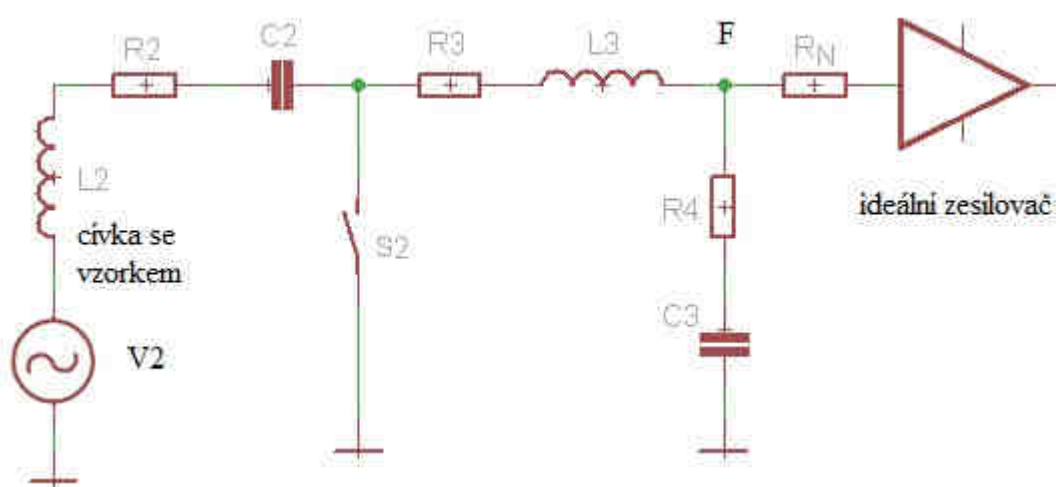
$$\left(\omega L_2 = \frac{1}{\omega C_2} \right) \wedge \left(\omega L_3 = \frac{1}{\omega C_3} \right) \quad (17)$$

Vztah mezi počtem závitů a rozměry cívky je dán následujícím vztahem:

$$n = \sqrt{\left(\frac{L_2 l}{\mu_0 d}\right) \left(1 + 0,9 \frac{r}{l}\right)}$$

$L_2, \mu_0 \dots$ viz vztah (16)
 $n \dots$ počet závitů cívky, [-]
 $l \dots$ délka cívky, [m]
 $d \dots$ průřez cívky, [m²]
 $r \dots$ poloměr cívky, [m]

(18)



Obr. 28: Ekvivalentní schéma přijímacího obvodu (dle [11])

V čase precese má nukleární magnetizace hodnotu M_0 , hodnotu napětí U_2 indukovaného na přijímací cívce L_2 pak dle [11] počítáme následovně:

$$U_2 = n\omega\mu_0 M_0 d \zeta$$

$U_2 \dots$ napětí indukované na cívce, [V]
 $\omega \dots$ úhlový kmitočet, [rad/s]
 $\mu_0 \dots$ relativní permeabilita vakua ($\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m)
 $M_0 \dots$ magnetizace v čase precese, [T]
 $d \dots$ průřez cívky, [m²]
 $\zeta \dots$ činitel plnění (poměr objemu vzorku vůči vnitřnímu objemu cívky), [-]

(19)

po dosazení do vztahu, který bere v úvahu relaci mezi počtem závitů a rozměry cívky rovnice (dle [11]) přechází na:

$$U_2 = \zeta \omega M \sqrt{L_2 \mu_0 V \left(1 + 0,9 \frac{r}{l}\right)}$$

$$U_2, \zeta, \mu_0, M \dots \text{ viz vztah (19)}$$

$$L_2 \dots \text{ indukčnost cívky se vzorkem, [H]} \quad (20)$$

$$V \dots \text{ objem cívky, [m}^3\text{]}$$

$$r \dots \text{ poloměr cívky, [m]}$$

$$l \dots \text{ délka cívky, [m]}$$

Dle Millera [12] je vztah pro napětí, indukované v měřicí cívce definován bez rozměrů cívky, s použitím jejího činitele jakosti a impedance následovně:

$$U_2 = \zeta \mu_0 \omega M d n \sqrt{\frac{Q R_0}{\omega L_2}}$$

$$U_2, \zeta, \mu_0, \omega, L_2, M \dots \text{ viz vztahy (19 , 20)}$$

$$d \dots \text{ průměr cívky, [m]} \quad (21)$$

$$Q \dots \text{ činitel jakosti cívky, [-]}$$

$$R_0 \dots \text{ impedance sondy, [\Omega]}$$

Předpokládejme, že zdrojem šumu je šum termální plus šum prvního elementu řetězce. Současně předpokládejme, že celková šířka pásma systému je mnohem menší než šířka pásma přijímacího obvodu, takže v úvahu je nutno brát pouze šum generovaný na rezonanční frekvenci ω . V uvedeném modelu tedy dle [11] šumí rezistory R_2, R_3, R_4, R_n a to podle Nyquistova vztahu:

$$U_N = \sqrt{4kTR_0\Delta\nu}$$

$$U_N \dots \text{ střední hodnota termálního šumu, [V]}$$

$$k \dots \text{ Boltzmanova konstanta } (k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}) \quad (22)$$

$$T \dots \text{ termodynamická teplota šumících rezistorů, [K]}$$

$$R_0 \dots \text{ charakteristická impedance, [\Omega]}$$

$$\Delta\nu \dots \text{ šířka pásma signálu, [Hz]}$$

Protože je šum náhodný, získá se celkové šumové napětí ve smyčce s proudem I_R jako součet čtverců jednotlivých zdrojů šumu.

$$U_N = \sqrt{U_{N2}^2 + U_{N3}^2 + U_{N4}^2 + U_{Nn}^2} \quad (23)$$

Celková střední hodnota šumového napětí je pak dle [11] dána vztahem:

$$N = \sqrt{4kT_L \Delta\nu} \left(\frac{\omega L_3}{R_2 + R_3 + R_4} \right) \sqrt{R_2 \frac{T_s}{T_L} + R_3 + R_4 + \frac{R_n}{\omega^2 L_3^2} (R_2 + R_3 + R_4)}; \quad \text{kde} \quad (24)$$

$k, \Delta\nu$... viz vztah (22)

R_x, L_x ... hodnoty obvodových prvků odporů a indukčností, [Ω] a [H]

T_L ... teplota laboratoře, [K]

T_s ... teplota vzorku, [K]

kombinací tohoto vztahu se vzorcem (20) dostáváme dle [11] vztah pro SNR systému:

$$SNR = \sqrt{\frac{1}{J} \frac{\zeta M}{2}} \sqrt{\frac{\mu_0 \omega V}{kT_L \Delta\nu} \left(1 + 0,9 \frac{r}{l} \right)}; \quad \text{kde} \quad (25)$$

J ... vztah mezi impedancemi, definováno jako:

$$J = \frac{R_2 T_s}{\omega L_2 T_L} + \frac{R_3}{\omega L_2} + \frac{R_4}{\omega L_2} + \frac{R_n}{\omega^3 L_2 L_3^2} (R_2 + R_3 + R_4)^2 \quad (26)$$

5.5 Obvodové přizpůsobení

U nízkofrekvenčních systémů např. při přenosu elektrické energie v rozvodech není podmínka přizpůsobení nutností. U vysokofrekvenčních systémů se přenosové vedení chová jako anténa a vyzařuje. Přizpůsobením vedení se toto vyzařování potlačí. Kritická výkonová bilance systému NQR vyžaduje přizpůsobení. Napětí nakmitané stojatým vlněním z vysílače by mohlo ve zlomku sekundy zničit kaskádu přijímacích zesilovačů a odrazy vlnění pak i zesilovač výkonový. Proto je nutné, aby stojaté vlnění nevznikalo a generovaná energie se, pokud možno bez odrazů, pohlcovala v zátěži. Přizpůsobené vedení se vyznačuje tím, že impedance zatěžovací je rovna impedanci charakteristické, poměr stojatých vln, označovaný PSV nebo σ se blíží hodnotě 1 a činitel odrazu, označovaný ρ je ideálně roven nule. Vstupní impedance přizpůsobeného vedení je pak čistě reálná a stabilní.

Rozlišují se dva typy přizpůsobení, impedanční a výkonové. Impedanční přizpůsobení minimalizuje odrazy na vedení a zvyšuje zisk, charakterizuje ho rovnost: impedance zdroje = impedance zátěže. Výkonové přizpůsobení zajišťuje maximální přenos výkonu ze zdroje do zátěže, jinými slovy optimalizuje zátěž pro zesilovač. Výkonové přizpůsobení je definováno tak, že impedance zátěže je komplexně sdružená k impedanci zdroje.

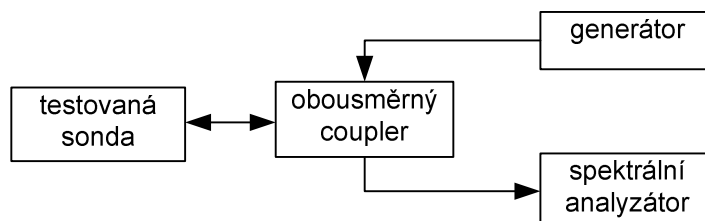
Optimální přizpůsobení je proto definováno tak, že reálné části impedance zdroje a zátěže musí být sobě rovny, zatímco jejich imaginární části musí být nulové. Pokud to neplatí, je nutno použít přizpůsobovací obvod. Ve vysokofrekvenční technice je typickou hodnotou charakteristické impedance 50 Ω , je tedy nutné hodnoty prvků obvodu transformovat na tuto hodnotu.

Přizpůsobovací obvod může být realizován například čtvrtvlnným transformátorem, sériovým nebo paralelním pahýlem, rukávem, mikropáskovým vedením, π -článkem nebo impedančním transformátorem balunem (balun - z angl. *balanced/unbalanced*, slouží kromě transformace impedance jako symetrizační člen).

Zajištění přizpůsobení sondy je u obvodu paralelní rezonance realizováno kapacitním trimrem C_M a obvodu sériové rezonance přizpůsobovacím transformátorem. Kapacitní trimr sériového

rezonančního obvodu s vysokou impedancí a přizpůsobovací transformátor paralelního rezonančního obvodu s malou impedancí transformují impedanci na 50Ω .

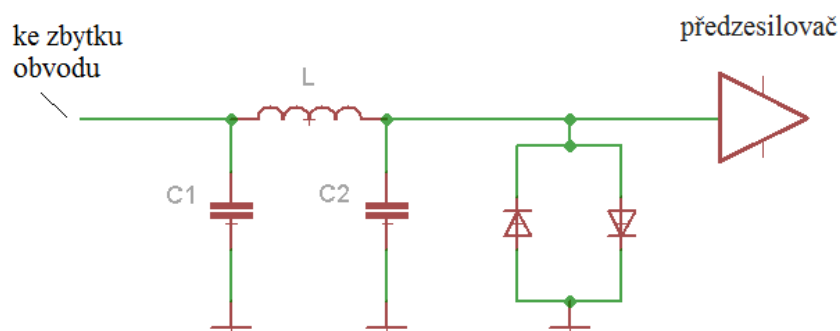
Měření přizpůsobení může být realizováno např. přístrojem na měření odražených vln, tzv. reflektometrem, nebo spektrálním analyzátozem v módu return loss. Při tomto měření je vhodné použít dělič výkonu, tzv. coupler s definovaným vazebním útlumem. Obousměrným couplerem potom můžeme určit dopředný i odražený výkon. V této práci byla křivka přizpůsobení v reálném čase vykreslována pomocí desky radioprocesoru. Deska vysílá kmitočty se zadaným krokem a měří odraz, jednotlivá měření pak vynáší do grafu (viz kapitola Sonda a její návrh).



Obr. 29: Princip měření odražených vln pomocí spektrálního analyzátoru

5.6 Obvodové oddělení

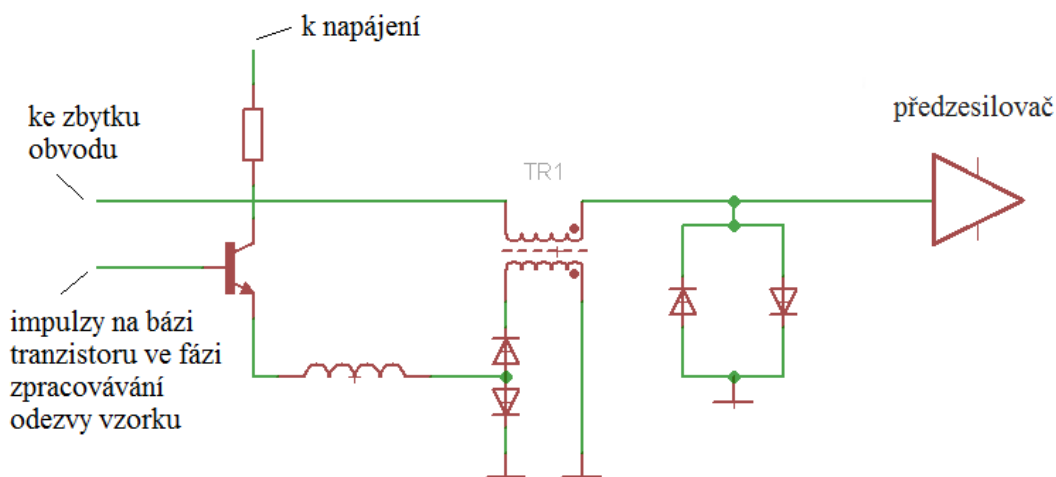
Zmíněný pí-článek, který slouží k obvodovému přizpůsobení, slouží též k obvodovému oddělení, chová se totiž jako pásmová propust' laděná na požadovaný centrální kmitočet s danou šířkou pásma. Princip funkce spočívá v tom, že v okamžiku vysílání RF impulzu se diody otevřou, kondenzátor C_2 je zkratován a obvod se chová jako paralelní spojení C_1 a L . Tento reaktanční pár tvoří vysokou impedanci a brání tak vstupu RF impulzu do předzesilovače, navíc je potenciální velký signál skrz diody zkratován do země. V okamžiku příjmu odezvy se rychlé diody uzavřou, součástky tvoří pí-článek, který propouští (impedance 50Ω z obou stran), respektive chová se jako pásmová propust' pro detekované pásmo, čímž filtruje nežádoucí kmitočty.



Obr. 30: Oddělení předzesilovače od RF impulzů pomocí pí-čláčku (dle [15])

Na polské univerzitě v Poznani vyřešili izolaci předzesilovače od RF výkonového zesilovače pomocí transformátoru na obrázku 31. Pokud spodním vinutím neprotéká žádný proud, jinými slovy je primární vinutí rozpojeno, chová se horní vinutí transformátoru jako samostatná indukčnost a má pro vysokofrekvenční signál vysokou impedanci. Jestliže je tranzistor otevřený a proud dolním vinutím protéká (tedy je primární vinutí ve zkratu), pak se sekundární vinutí (na obrázku horní) chová jako malá impedance, signál prochází a předzesilovač může zpracovávat odezvu vzorku. [13] Indukčnost ve spínaném okruhu pak slouží jako odpor pro vysokofrekvenční složky.

K obvodovému oddělení lze využít i vedení o délce $\lambda/4$. Při frekvenci $f = 28,1$ MHz je délka vlny $\lambda = 10,7$; k filtraci pomocí čtvrtvlnného vedení by tedy bylo potřeba asi 2,7 metru vedení. Tuto variantu vyzkoušeli ve firmě Prototypa, ale řešení je jevilo jako nepraktické.



Obr. 31: Oddělení předzesilovače od RF impulzů pomocí transformátoru (dle [13])

5.7 Blokové zapojení NQR detektoru

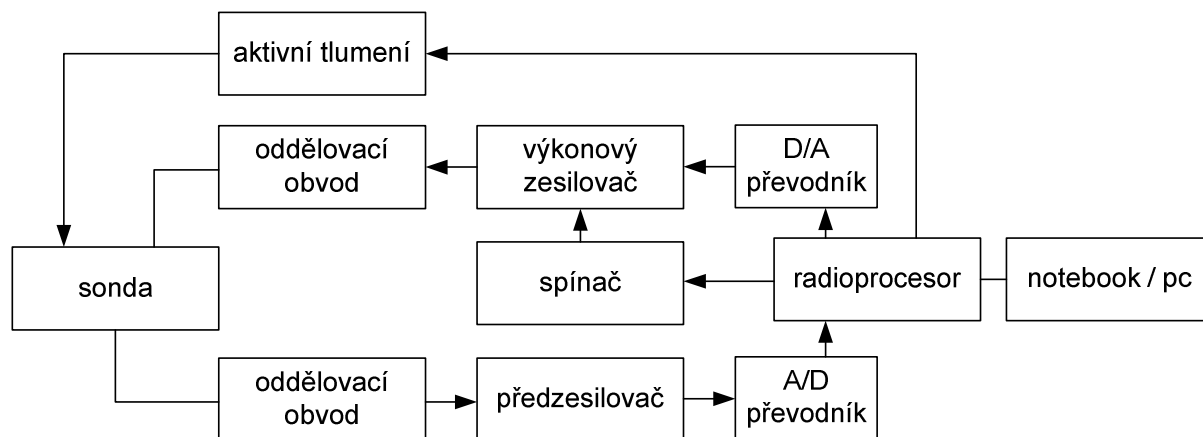
Ke kompletnímu zpracování signálů lze využít komerční produkt firmy SpinCore - desku radioprocesoru. Tato deska je schopná budít a zpracovávat signály v pásmu 0 - 100 MHz. Deska disponuje sběrnici PCI nebo USB, dvěma analogovými vstupně výstupními kanály a čtyřmi digitálními výstupy, využívá kvadrurní detekce, výstupní signály mohou být volitelně tvarovány. Díky přijímací a vysílací části na jedné desce je zajištěna vnitřní synchronizace. Vzorkování vstupního signálu probíhá rychlostí 75 MS/s se 14ti bitovým rozlišením. V základním pásmu poskytuje radioprocesor signál o šířce pásma 10 MHz. Generátor DDS poskytuje signál s rozlišením 14 bitů o frekvenci až 300 MS/s. Radioprocesor je schopen časového rozlišení až 13,3 ns. Na vstupní větvi je širokopásmový zesilovač s A/D převodníkem s možností podvzorkování. [22]



Obr. 32: Deska radioprocesoru firmy SpinCore

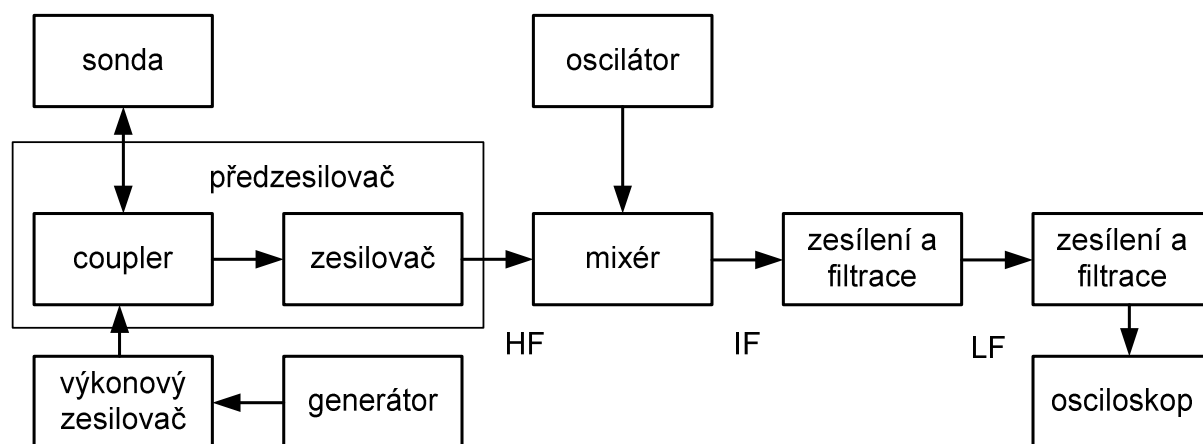
Spínač na blokovém schématu (obr. 33) slouží k blokování šumu výkonového zesilovače ve fázi snímání FIDu. Obvod aktivního tlumení je připojen k desce radioprocesoru. Tlumič

obvod je realizován přidáním závitů na cívce, které urychlují zotavení sondy. V předchozí kapitole popisovaný π -článek je ve schématu (obr. 33) ukryt v bloku oddělovacího obvodu přijímací (dolní) větve společně s křížnými diodami zapojenými proti zemi, které se za přítomnosti vysokého signálu otevírají a signál uzemňují.



Obr. 33: Blokové schéma NQR detektoru řízeného deskou radioprocessoru pomocí pc software realizované firmou Prototypa

Předzesilovač na schématu (obr. 34) sestává z tzv. power coupleru, což je vlastně filtr, který brání vstupu vysokého RF signálu do větve zpracování. Za ním je kaskáda zesilovačů, prvním z nich je zesilovač odolný vůči signálovým špičkám, následuje dvojice dalších zesilovačů. V blokovém schématu níže, které odpovídá zapojení Dr. Kubáska na UTEE, se využívá konverze signálu do nižšího kmitočtového pásma, čímž se zajišťuje snížení úrovně šumu.



Obr. 34: Blokové schéma NQR detektoru s downkonverzí pro snímání osciloskopem sestavené Dr. Kubáskem na UTEE FEKT VUT

6 Výběr součástek a návrh komponent

6.1 Nízkošumový zesilovač

Požadavky na předzesilovač jsou velmi vysoké, první zesilovač musí dle Friisova vztahu disponovat nejlepšími parametry. Mezi nejdůležitější hodnoty patří šumové číslo (noise figure), které dle teoretických poznatků nabývá hodnot 0 a více. Na trhu je v současné době několik zesilovačů se šumovým číslem okolo 0,5, ovšem takové předzesilovače disponují malým ziskem. Pro NQR aplikaci je při použití jednoho zesilovače nutný zisk alespoň 40 dB. Nejvhodnějším zesilovačem se jeví MITEQ AU-1647 respektive AU-1447. Tyto zesilovače disponují šumovým číslem 1,4 dB a poskytují zisk až 57 dB. Kvůli problémům s dodávkou zesilovače Miteq byly objednány dva zesilovače firmy MiniCircuits s typovým označením ZFL-1000LN s napěťovým ziskem 20 dB a šumovým číslem 2,9.

6.2 Směrová odbočnice

Pro zjištění kvality naladění respektive přizpůsobení je využívána směrová odbočnice, dnes už se zaužívaným názvem coupler. Byl zakoupen directional coupler ZFDC-15-6 s vnitřním zakončením 50 Ω , útlumem hlavního vedení 0,2 dB a direktivitou 35 dB. Tento coupler je použitelný v pásmu 0,03 – 35 MHz.

6.3 Návrh měřicí cívky

Na papírovou cívku respektive na plastovou vodovodní trubku o průměru 80 mm resp. 50 mm, byl navinut měděný vodič s ohledem na výšku vinutí pro maximální plnění prostoru uvnitř cívky. Tento prostor je určen pro nádobu s výbušninou, či jinou chemikálií ve válcové krabici o výšce 6 cm a průměru 7 cm.

Tabulka 2: Přehled zhotovených cívek

Parametry cívky:	cívka A	cívka B	cívka C
Indukčnost, L [μH]	39,18	11,765	11,765
Kmitočet, f [MHz]	4,64	4,64	4,64
Průměr drátu, d [mm]	1	2,3	1
Rozteč závitů, h [mm]	2,2	4,5	2
Délka vinutí, l [mm]	51,5	60,8	32,7
Počet závitů, n [-]	22,9	13	15,8
Jakost obvodu, Q [-]	883	470	370
Průměr cívky, D [mm]	80	80	50
Parametry rezonančního obvodu:			
Kapacita kondenzátoru, C [pF]	30	100	100
Charakteristická impedance, R [Ω]	1143	343	343
Ekvivalentní odpor, R_e [k Ω]	536	109,6	92,5
Šířka pásma, B [kHz]	9,89	14,52	17,19



Obr. 35: Snímek navinuté cívky, v tabulce označené jako C, která byla využita při měření objemných vzorků hexogenu a NaNO_2 ve firmě Prototypa, a.s.; pro připojení do obvodu byla sonda vybavena anténním konektorem

Dle potřebné indukčnosti byl vypočten počet závitů cívky, k tomu byl použit následující jednoduchý vzorec (27). Tyto vztahy (27) - (32) využívá návrhový software Coil32 [18].

$$n = \sqrt{\frac{(25l + 23r)L}{r^2}} \quad (27)$$

kde

n ... počet závitů cívky, [-]

l ... délka resp. výška vinutí, [cm]

r ... poloměr cívky, [cm]

L ... požadovaná indukčnost, [μH]

takže např. pro cívku C platí následující:

$$n = \sqrt{\frac{(25 \cdot 3,27 + 23 \cdot 2,5)11,765}{2,5^2}} \cong \underline{\underline{15,8 \text{ závitů}}}$$

Charakteristická impedance je definována následovně:

$$\rho = 2\pi fL = \frac{1}{2\pi fC} = \sqrt{\frac{L}{C}}, [\Omega] \quad (28)$$

a ekvivalentní odpor je pak:

$$R_e = \rho Q, [\Omega] \quad (29)$$

$$Q = \frac{X_L}{R_L} = \frac{2\pi \cdot f \cdot L}{R_L} \quad (30)$$

Q ... jakost, [-]

X_L ... reaktance, [Ω]

R_L ... ohmické ztráty cívky, [Ω]; které vypočítáme dle:

$$R_L = \frac{k\sqrt{f}}{380d} \left[\sqrt{LD\left(102\frac{l}{D} + 45\right)} + \frac{d^2 \sqrt{L\left(102\frac{l}{D} + 45\right)^3}}{50\left(\frac{l}{D}\right)^2 \sqrt{D^5}} \right], \text{ kde} \quad (31)$$

d ... průměr vodiče, [mm]

f ... kmitočet, [MHz]

D ... průměr cívky, [mm]

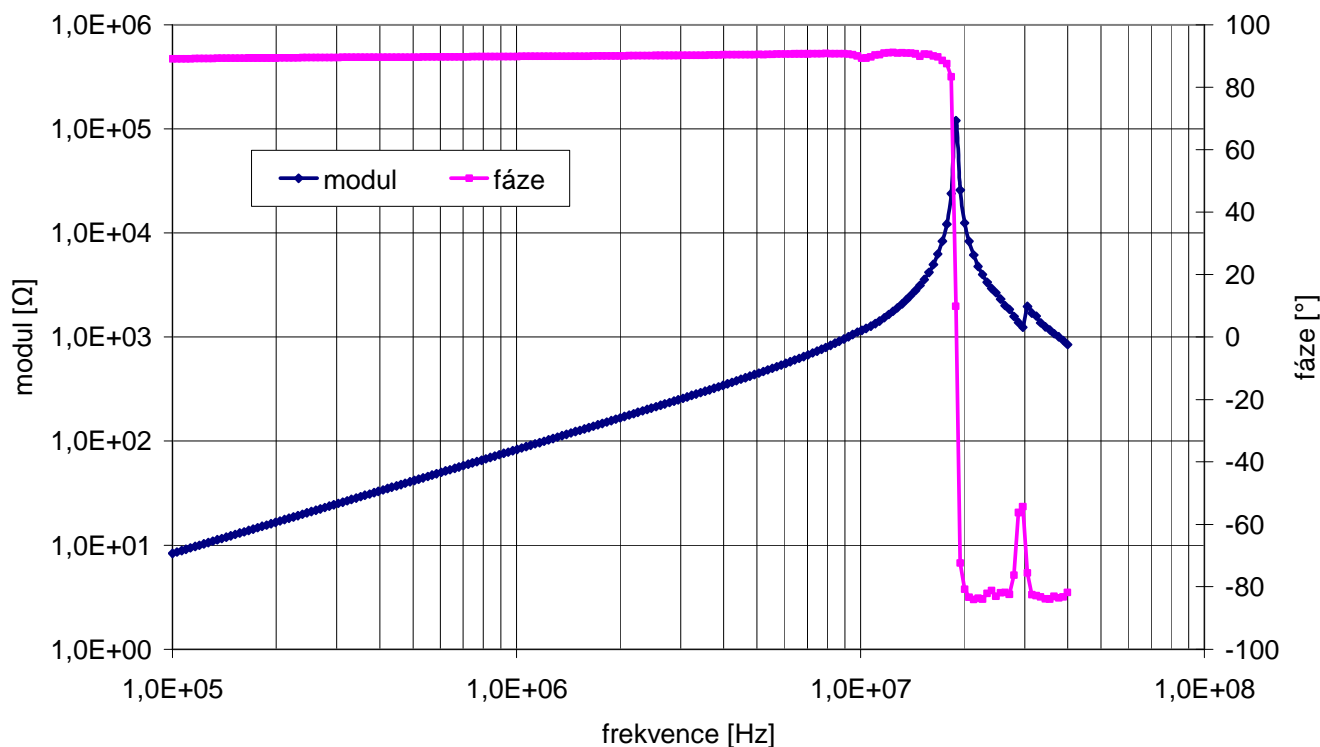
k ... korekční faktor vypočítaný dle

$$k = \left(\arccos h \left(\frac{h}{d} \right) \right)^2, \text{ kde} \quad (32)$$

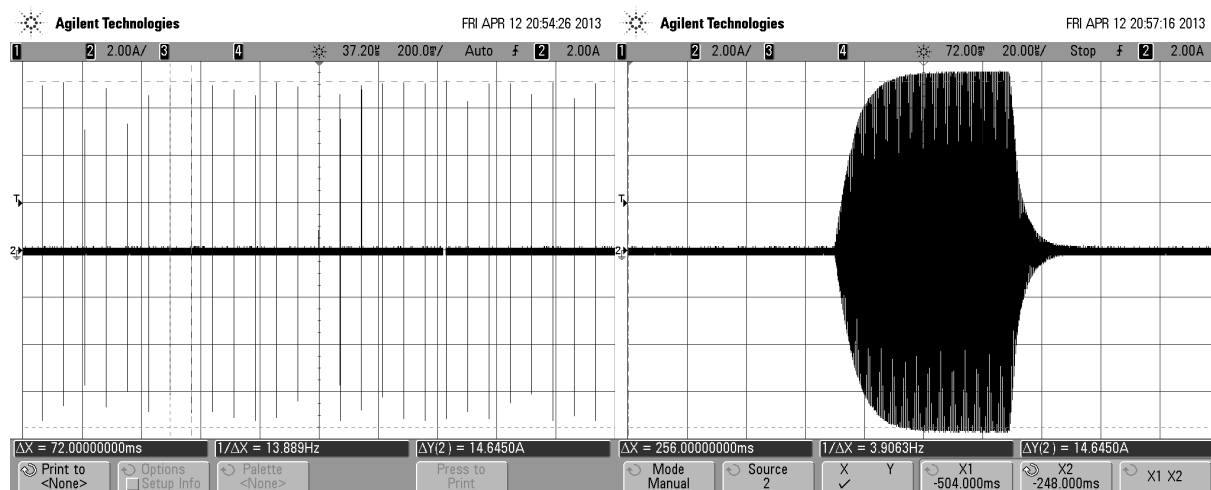
h ... krok mezi závitů; [mm]

d ... průměr drátu; [mm]

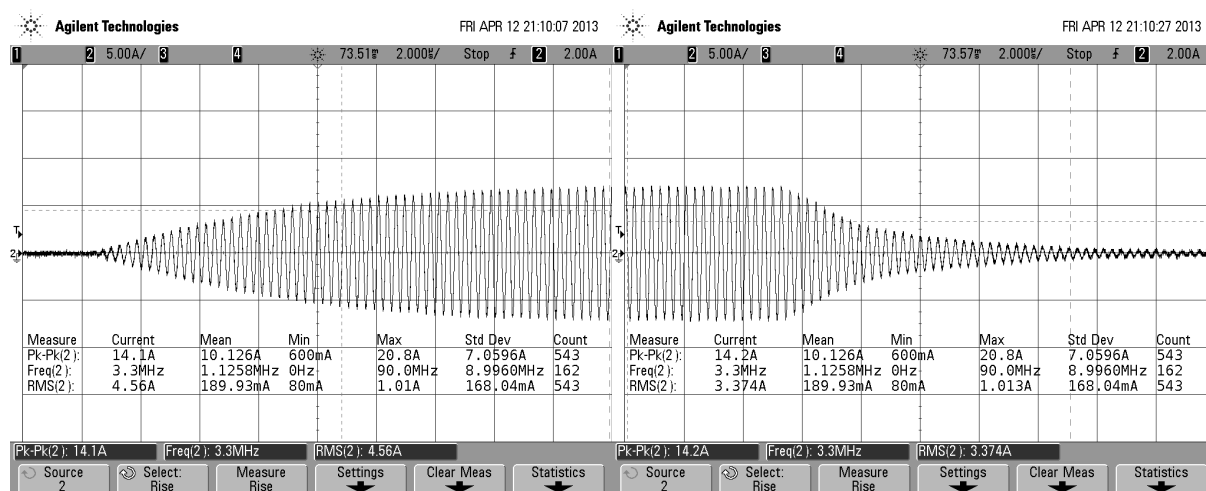
Impedanční charakteristika objemové měřicí cívky C



Obr. 36: Průběh impedanční charakteristiky navinuté cívky C měřené na vektorovém analyzátoru Bode ve frekvenčním rozsahu 100 kHz až 40 MHz s maximem impedance 120 kΩ na kmitočtu 18,9 MHz. Cívka byla dimenzována na 4,64 MHz, její rezonance mimo rezonanční obvod je umístěna o 14 MHz výše.



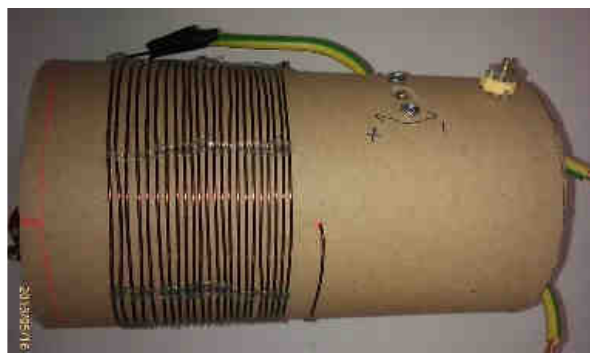
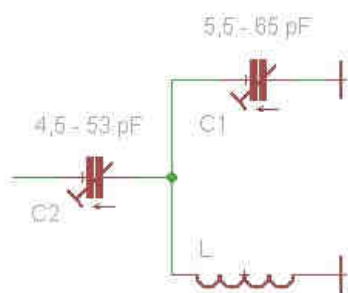
Obr. 37: Oscilogramy získané z proudové sondy Agilent zobrazují proudy, procházející vyrobenou měřicí cívkou označenou C. Vlevo série impulzů – můžeme pozorovat mírné kolísání velikosti proudu, opakovací frekvence impulzů je asi 13,9 Hz, amplituda špiček je pak I_{p-p} asi 14,6 A. Vpravo lze pozorovat jeden proudový impuls roztažený v čase. Impulzy na rezonančním obvodu byly napětově blízko proražení anténního konektoru. K proražení konektoru došlo, nehoda se projevila lupáním o frekvenci přibližně 10 Hz. Na konektoru se nachází dielektrická vrstva okolo 2 mm, z toho lze usuzovat průrazné napětí okolo 1000 V.



Obr. 38: Oscilogram proudu vysílaného do materiálu ukazuje laděný kmitočet 3,3 MHz. Středová část signálu je vynechána.

6.4 Sonda a její návrh

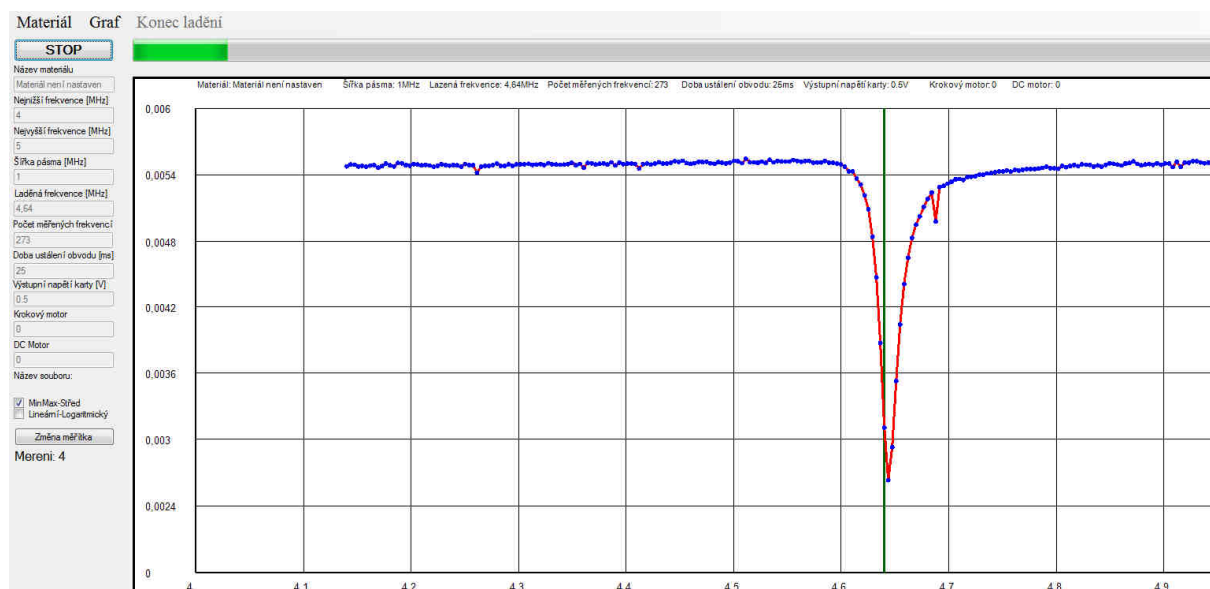
Jedním z úkolů bylo zamýšlení se nad návrhem sondy, v rámci práce byla sestavena sonda – paralelní rezonanční obvod. Při návrhu rezonančního obvodu je nutno brát v potaz řadu parametrů. Jedním ze základních parametrů je jakost obvodu, související s úrovní naladění. Na rezonančním obvodu při relativně nízkém výstupním napětí karty SpinCore (0,5 V) s cívkou C tečou špičkové proudy 15 A a napětí na tomto v podstatě sériovoparalelním (sériová rezonance vzniká mezi přizpůsobovacím kondenzátorem a cívkou) rezonančním obvodu dosahuje hodnot odhadem okolo 1 kV.



Obr. 39: Paralelní rezonanční obvod alias sonda, vpravo snímek sondy

Trimmer C_1 (4,5 - 53 pF) byl zakoupen přes internet z portálu Aukro.cz, jedná se o poměrně robustní vzduchový vějířový kondenzátorový trimr, který se údajně využíval ve vojenské radiostanici, časté přeladování pro něj není problém. Maximální napětí bylo dle konstrukce odhadnuto na 100 - 200 V. Trimmer C_2 (5,5 - 65 pF) byl zakoupen v GES Electronics a bohužel není dimenzován na časté ladění, mezi deskami obsahuje tento ladící kondenzátor dielektrikum, které je vyrobeno z tenkého filmu polypropylenu, polykarbonátu a polytetrafluoretylenu dimenzované na chvilkové napětí až 300 V.

Problém s vysokým napětím může být eliminován sériovým zapojením více kapacitních trimrů za sebou. Napětí na kondenzátoru závisí na nepřímo úměrně na hodnotě kapacity a vypočítá se pomocí náboje, který je shodný na těchto jednotlivých sériově zapojených kondenzátorech. Kapacita sériově sečtených kondenzátorů je menší než hodnota nejmenšího z nich.



Obr. 40: Ladicí křivka vyrobené sondy – naladěný stav ($f=4,64$ MHz), pro indikaci naladění byla ve firmě Prototypa považována empiricky hodnota 0,004 a nižší. Tato křivka v podstatě ukazuje úroveň odražených vln, tedy úroveň obvodového přizpůsobení.

Bylo zjištěno, že přizpůsobovací kapacita (na obr. 39 označena C_2) je vyžadována velice malá. Co se týče běžně dostupných kapacitních trimrů, obvykle nastává problém se spodní hranicí dosažitelné kapacity, udávaná dolní mez obvykle není dosažitelná. Pro kvalitně provedenou sondu s vysokým Q ladicí kondenzátory pro běžné použití nevyhovují, je vhodné použít vakuové kondenzátory dimenzované na napětí v řádu kilovoltů a proudy v desítkách ampérů.

Nakonec využitá sonda z firmy Prototypa, a.s. využívá staré ladicí kondenzátory z NDR, které dnes již v zásobě má málokdo. Pro precizní provedení sondy je vhodné zvolit ladicí kondenzátor podobný těm na obrázku níže, při realizaci je pak vhodné přívodní vodiče realizovat jako co možná nejkratší.



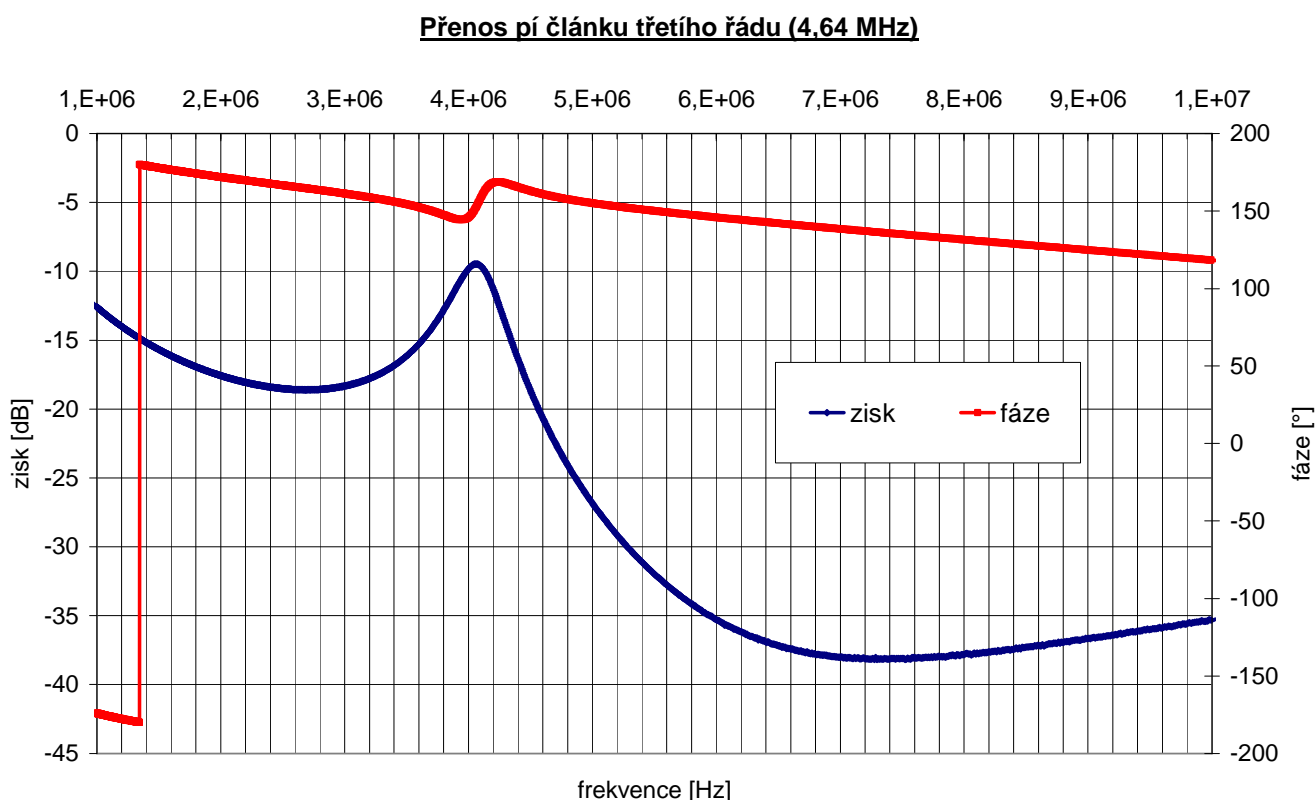
Obr. 41: Ladicí vysokonapěťové kondenzátory ve vakuovém provedení

6.5 Pí článek

V této kapitole byla navržena, odsimulována a proměřena různá zapojení pí-článků. Podmínkou byla vstupní i výstupní impedance 50Ω , simulace tedy probíhala s využitím napěťového zdroje se sériově vloženou impedancí a impedancí zátěže 50Ω . Nejprve proběhl návrh filtru třetího řádu pro kmitočet $4,64 \text{ MHz}$. K návrhu byly využity volně dostupné aplety pro výpočet pí-článků [21]. Hodnoty součástek byly vždy dosazeny do simulací v programu MicroCap a na nich byly ověřeny vlastnosti článků.



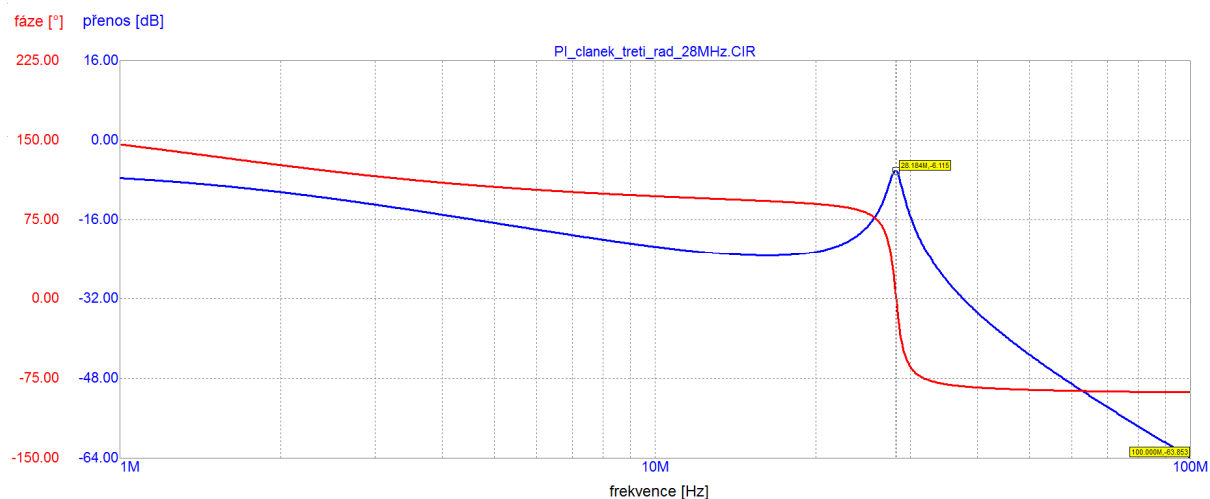
Obr. 42: Obvodové zapojení pí-článků třetího a pátého řádu



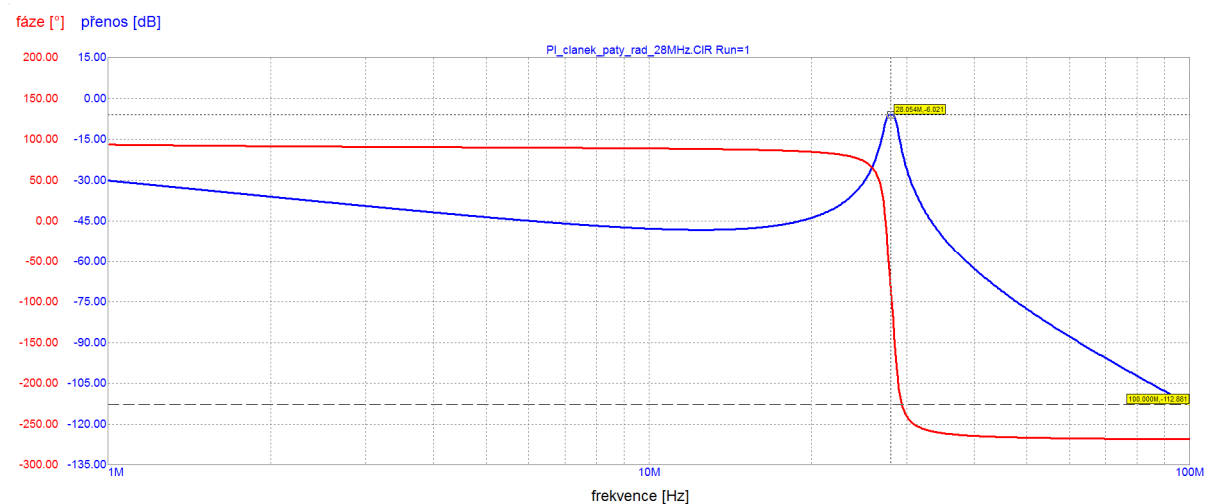
Obr. 43: Naměřená křivka přenosu pí-článku třetího řádu, navrženo pro kmitočet $4,64 \text{ MHz}$, měřeno pomocí Bodeho analyzátoru v pásmu $100 \text{ kHz} - 40 \text{ MHz}$

Dále byly navrženy dva pí-články pro kmitočet $28,1 \text{ MHz}$, jeden třetího a druhý pátého řádu. Dle návrhu měl mít pí-článek třetího řádu kapacity 2274 pF a indukčnost $0,03 \text{ uH}$, v simulaci vycházela ideálně.

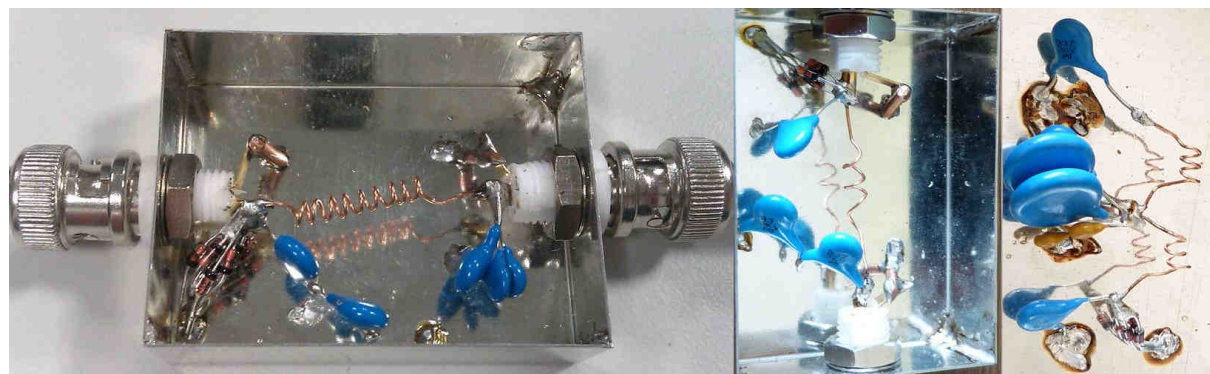
Po realizaci pomocí dvojic kondenzátorů, jejich společná kapacita činila 2300 pF a cívky, která dle výpočtů měla indukčnost 0,03 μ H se ukázalo, že maximum přenosu se nachází někde pod 20 MHz, útlum zde navíc dělá asi 10 dB. Při stlačení jednotlivých závitů cívky, čímž mělo být dosaženo snížení indukčnosti a posuvu křivky frekvenčně výše, se křivka kmitočtově téměř neměnila, zato se měnila její jakost, křivka modulu přenosu klesla o několik dB níže.



Obr. 44: Simulace pí-článku třetího řádu navrženého na 28,1 MHz, vytvořeno v programu Microcap

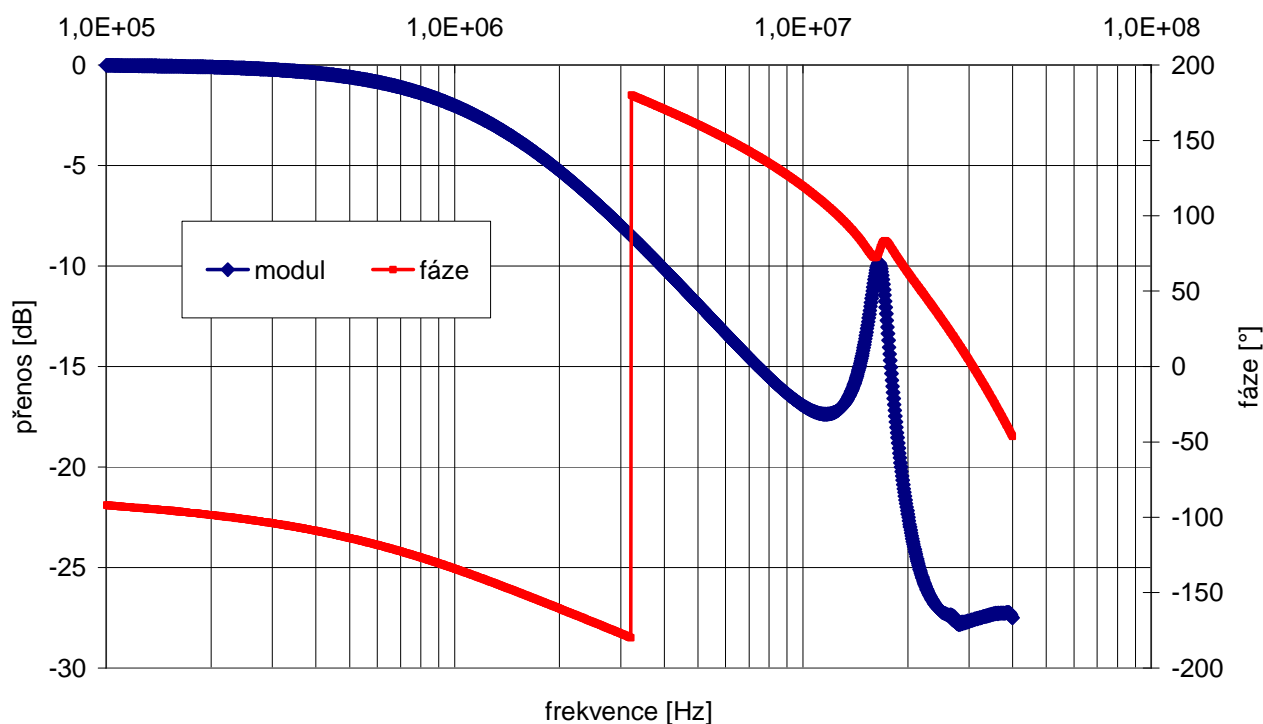


Obr. 45: Simulace pí-článku pátého řádu navrženého na 28,1 MHz, vytvořeno v programu Microcap, lze pozorovat, že pí-článek pátého řádu poskytuje lepší útlum mimo pásmo přenosu

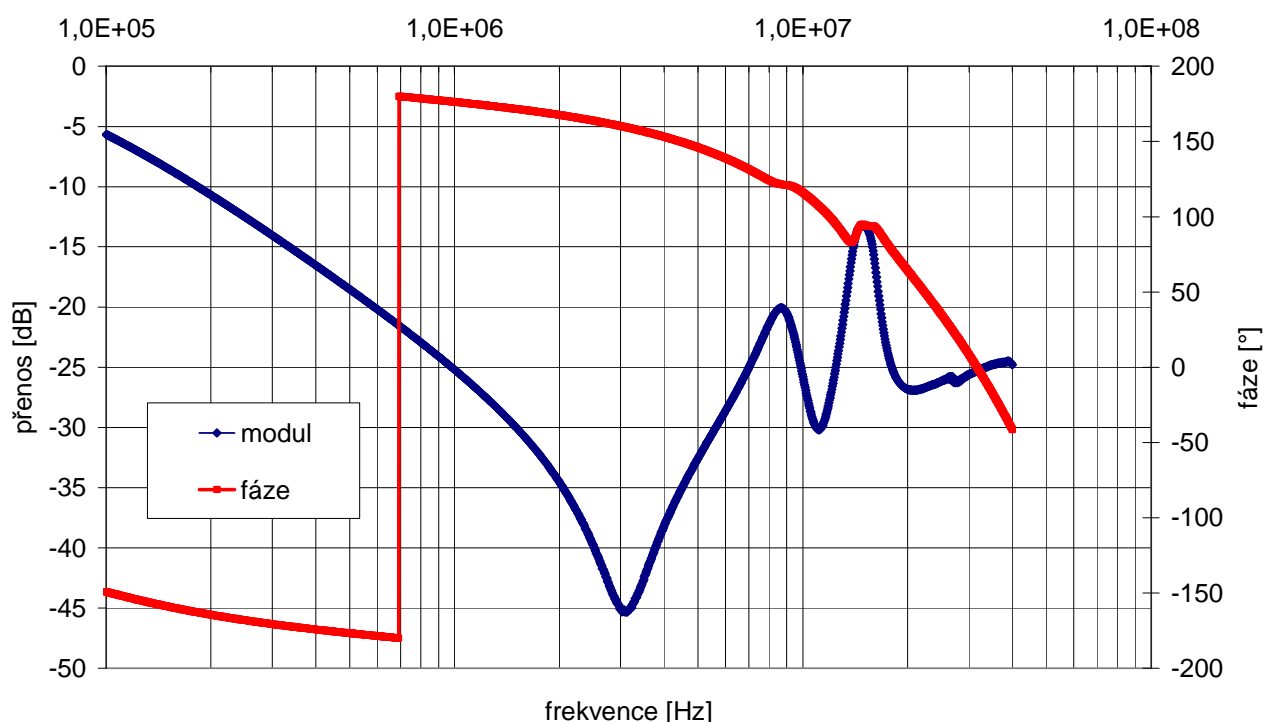


Obr. 46: Fyzické provedení pí-článků

Přenos pí článku třetího řádu (28,1 MHz)

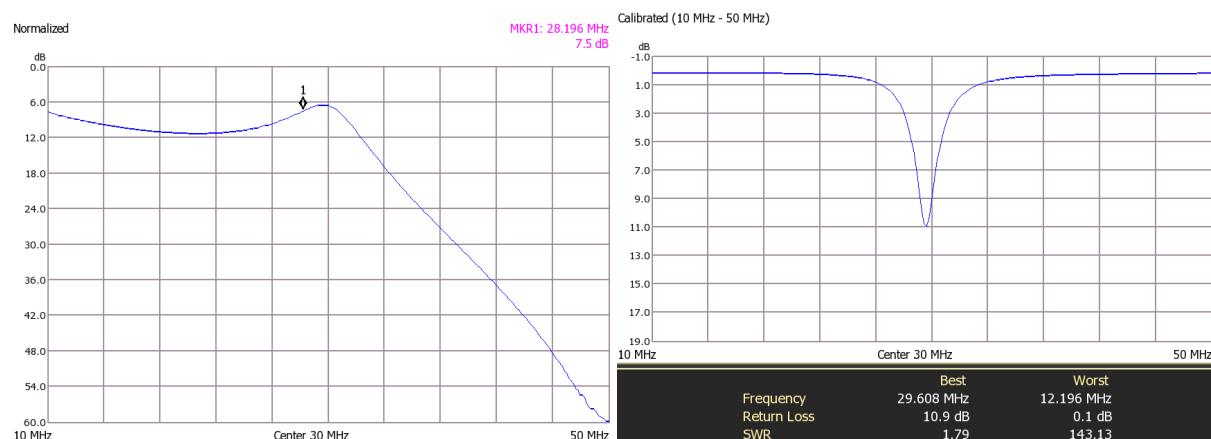


Přenos pí článku pátého řádu (28,1 MHz)



Obr. 47 a 48: Přenosové charakteristiky vyrobených pí-článku třetího a pátého řádu měřené na Bodeho vektorovém analyzátoru (100 kHz – 40 MHz), po drobné optimalizaci hodnot součástek u filtru třetího řádu odpovídá měření simulaci (viz obr. 42), u filtru pátého řádu nastává problém s parazitními rezonancemi

U přenosu pí-článku 5. řádu, navrženého na 28,1 MHz ($C_1, C_3 = 3297$ pF, $C_2 = 95607$ pF a $L_1, L_2 = 0,0101$ μ H) můžeme pozorovat několik rezonancí, které pravděpodobně vytváří parazitní indukčnosti přívodů kondenzátorů a parazitní kapacita cívky, maximum přenosu lze opět sledovat na přibližně 15 MHz. Je tedy vhodné pí-články navrhovat na vyšší kmitočty. Na základě tohoto poznatku byl tedy sestaven další pí-článek, tentokrát třetího řádu navržen na kmitočet 43 MHz ($C_1, C_2 = 1415$ pF, a $L = 0,02$ μ H), tento článek měl maximální přenos přibližně na kmitočtu 29 MHz. V propustném pásmu měl poměrně příznivý vložný útlum okolo 7 dB, přičemž údaj v simulaci odpovídal hodnotě 6 dB. Předtím měřené pí-články zřejmě nebyly tak kvalitně provedeny (menší Q), měly totiž (viz grafy výše) vložný útlum 10 dB pro třetí řad a útlum asi 14 dB pro pátý řád.



Obr. 49: Vlevo křivka přenosu posledního vyrobeného pí-článku, navrženého na 28,1 MHz, vpravo potom měření zpětného útlumu (return loss), kde můžeme vidět, že při daném kmitočtu dosahuje poměr stojatých vln hodnoty 1,79 - což je hodnota, definovaná jako dobré přizpůsobení. Měření probíhalo na spektrálním analyzátoru Agilent N1996.

Pro NQR pracoviště byl tedy určen pí-článek třetího řádu s charakteristikou na obr. 49, úkolem bylo promyslet další možnosti oddělení. Zajímavostí může být skutečnost, že na antiparalelně zapojených diodách uvnitř pí-článku bylo při kmitočtu 28 MHz naměřeno napětí 7 V, důvodem jsou zřejmě přívody a jejich indukčnost (pro 28 MHz velká impedance).

Pí-článek je poměrně úzkopásmový, proto je vhodné mít pro každé výrazně rozdílné pásmo jednotlivé kmitočty jeden a tento obvod při přechodu na detekci v jiném pásmu vyměnit. Pro relativně univerzální využití by bylo vhodné použít pí-články pro následující kmitočty 1; 3,5; 5; 12; 28 MHz.

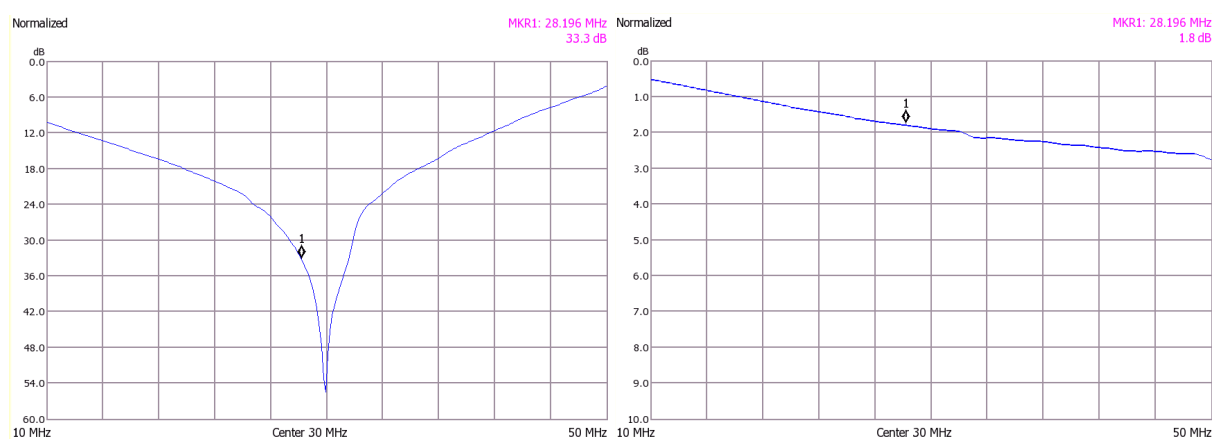
6.6 Impedanční transformátor

Myšlenka použití impedančního transformátoru vychází z představy, že při navinutí vedení koaxiálním kabelem jsou vytvořena dvě vinutí s poměrem 1:1. Nechť je měřen přenos primárního vinutí. V případě zapojení sekundárního vinutí naprázdno je indukčnost na primárním vinutí netknutá, vř signál je tlumen. Naopak při zkratu sekundárního vinutí je indukčnost primárního vinutí minimalizována a vř signál prochází s minimálním útlumem.

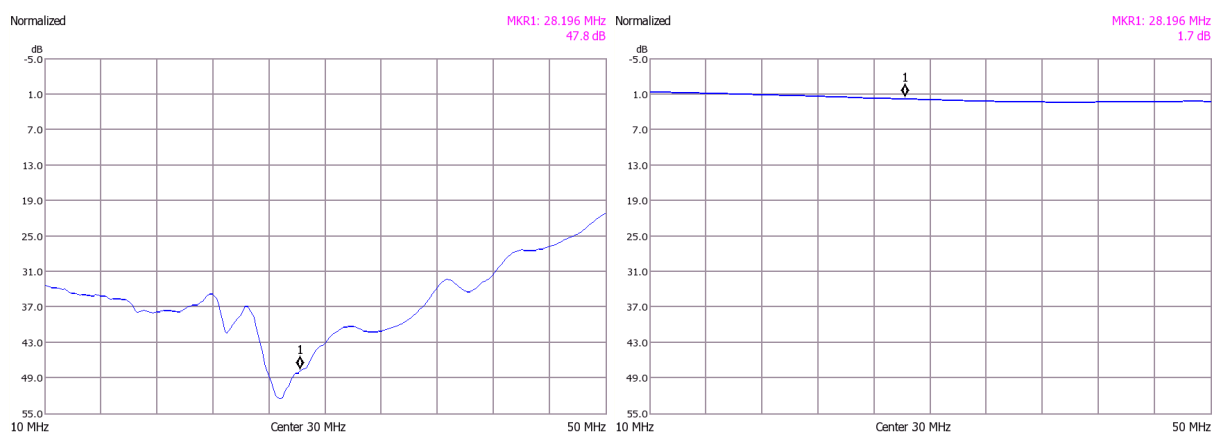
Transformátor byl navinut bifilárně z koaxiálního kabelu R174 o charakteristické impedanci 50 Ω . Velmi důležitým parametrem je materiál jádra, ten musí odpovídat zejména kmitočtově a disponovat vysokou permeabilitou. Vhodné je vzít v úvahu tvar hysterezní, případně komutační křivky materiálu, jádro dimenzovat tak, abychom se vyhnuli jeho přebuzení (teoreticky přebuzení hrozí na nižších kmitočtech). Někteří výrobci jader používají k definici materiálu permeabilitu a průřez jádra, zatímco jiní používají závitovou konstantu

Tabulka 3: Přehled navinutých impedančních transformátorů:

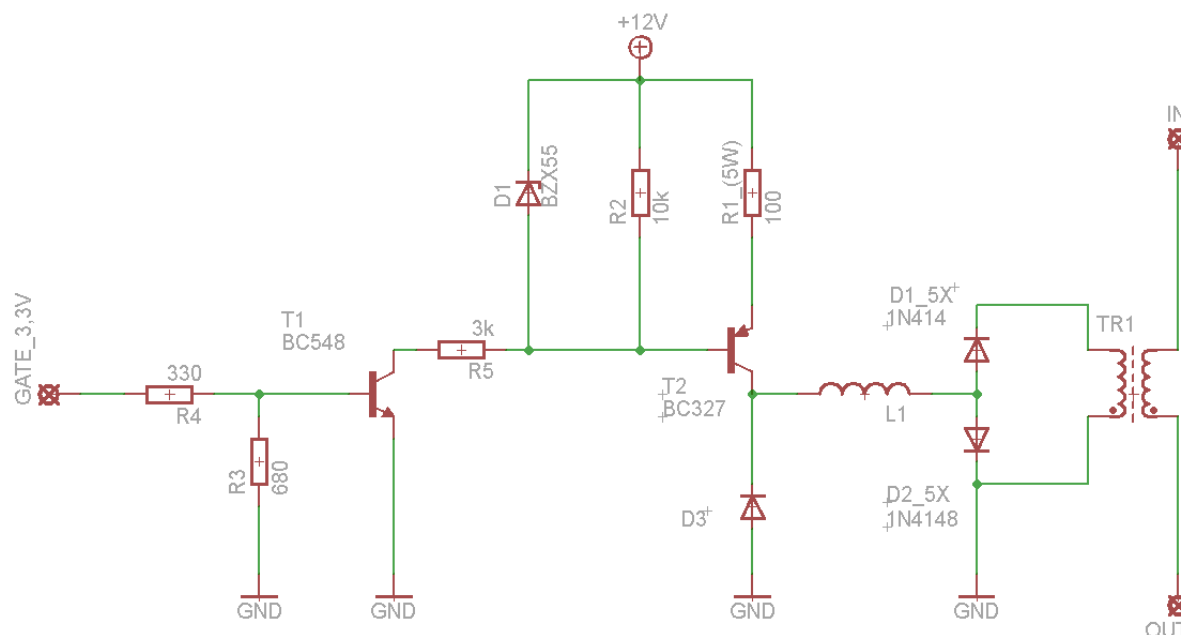
Parametry transformátoru	transformátor A	transformátor B	transformátor C	transformátor D
materiál jádra	železoprach., amidon	feritové	železoprach., amidon	feritové
typ jádra - kód materiálu	T 106-2	5020C-CF195	T 106-26	FT140-43
barevné značení	červeno-černá	zelená	žluto-bílá	lesklá černá
kmitočet	2-30 MHz	10 kHz	0-1 MHz	0,5-30 MHz
rozměry d1 x d2 x v [mm]	26,9 x 14,5 x 11,1	50 x 30 x 20	26,9 x 14,5 x 11,1	35,6 x 22,9 x 12,7
konstanta Al [$\mu\text{H}/\text{n}^2$]	0,0135	0,00102	0,09	0,952
počet závitů, n [-]	7	21	11	12
indukčnost, L [μH]	0,6615	0,44982	9,9225	137,088
impedance toroidu, Z [Ω]	116,318	79,096	1744,772	24105,554
výkonový útlum na $f = 28\text{MHz}$ měřený, [dB]	11,3	7,1	12,4	47,8
výkonový útlum na $f = 28\text{MHz}$ vypočítaný, [dB]	7,3	4,0	30,9	53,7



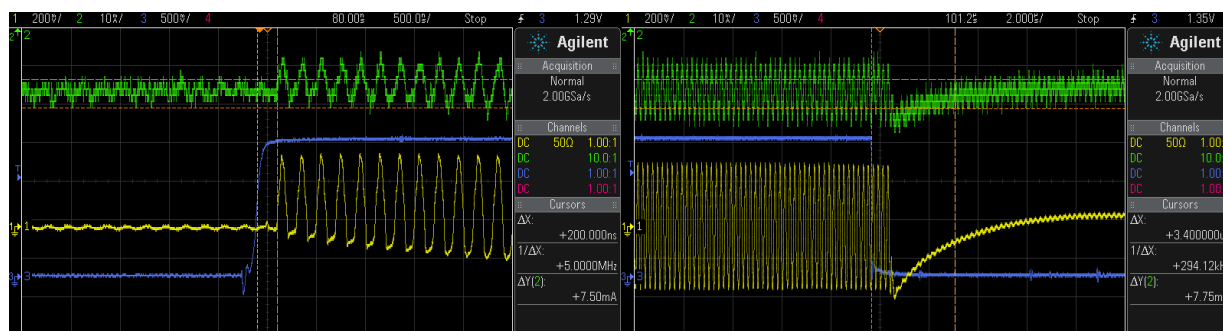
Obr. 51: Průběhy přenosu modifikovaného impedančního transformátoru A s rozpojeným (vlevo) a zkratovaným (vpravo) primárním vinutím; útlum sekundárního vinutí na 30 MHz je až 54 dB, zatímco průchozí útlum je asi 1,8 dB s buzením 10 dBm, při buzení -15dBm se celá křivka posunula cca o 12 dB níže



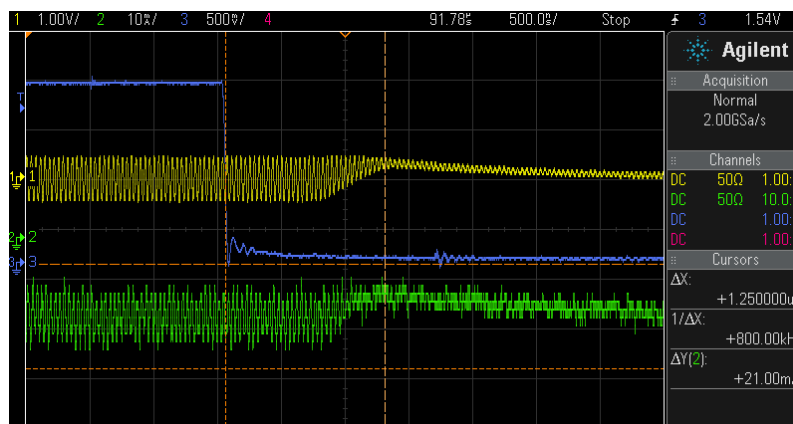
Obr. 52: Průběhy přenosu impedančního transformátoru D s rozpojeným (vlevo) a zkratovaným (vpravo) primárním vinutím; útlum sekundárního vinutí na požadovaném kmitočtu 28,1 MHz je 47,8 dB, zatímco průchozí útlum je asi 1,7 dB (buzení 10 dBm)



Obr. 53: Schéma realizovaného obvodu spínače impedančního transformátoru

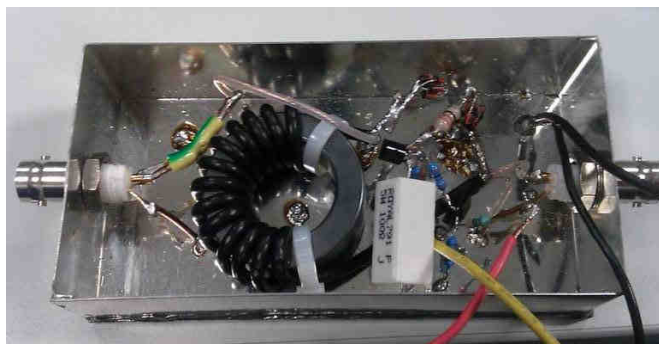


Obr. 54: Průběhy měření impedančního transformátoru z osciloskopu – modrá křivka zobrazuje klíčovací impuls z karty radioprocesoru, žlutá křivka představuje průběh napětí o kmitočtu 28 MHz na 50 Ω zátěži (mimo modrý impuls je žlutý signál tlumený). Zelená křivka popisuje průběh proudu na průchozím vinutí transformátoru, z oscilogramu lze vyčíst, že od sepnutí klíčovacím impulzem do začátku průtoku proudu transformátorem uplyne cca 200 ns a po vypnutí se proud ustálí asi za 3,4 μ s



Obr. 55: Po přidání diody D3 do obvodu (viz obr. 53) se značně zrychlilo ustalování proudu při vypnutí klíčovacího impulsu alias rozpojení primárního vinutí transformátoru – ze 3,4 na 1,25 μ s, rychlé vypínání je důležité pro správné časování blokování

Útlum je významně ovlivněn okolím transformátoru, optimální umístění je několik cm nad deskou stolu v dostatečné vzdálenosti od zdrojů rušení. Proto byl transformátor se zapojením z obr. 53 umístěn do stíněné krabičky, v ní se ale paradoxně útlum snížil na hodnoty okolo 20 – 25 dB. Z hlediska stínění je vhodnější zvolit opletení koaxiálního kabelu jako spínané a vnitřní vodič jako průchozí vedení.



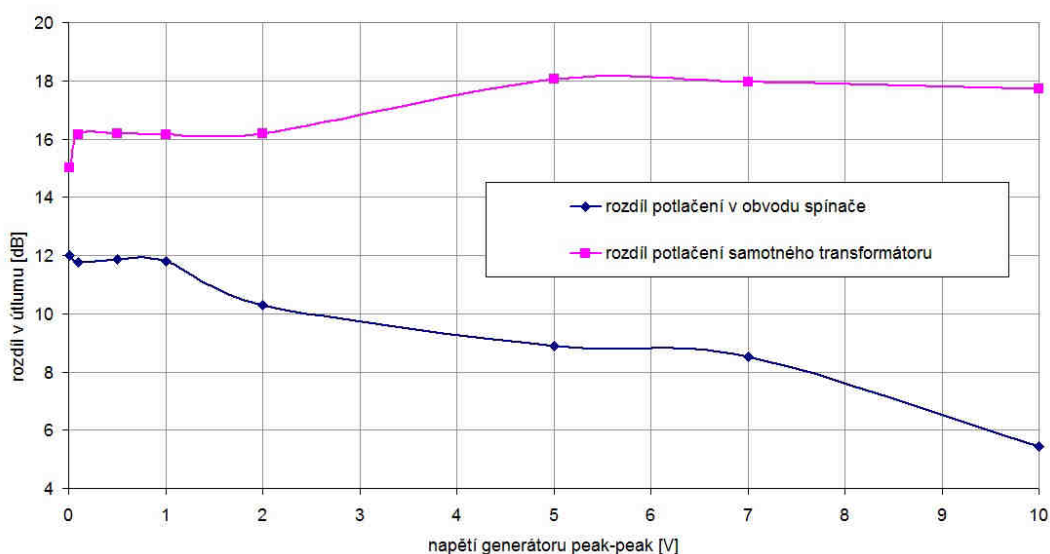
Obr. 56: Zhotovený oddělovací člen s impedančním transformátorem, řízený logikou TTL

Nejprve byly proměřeny vlastnosti samotných transformátorů pouze zkratováním a rozpojováním primárního vinutí. Poté byl transformátor s nejlepšími výsledky zabudován do krabičky společně s obvodem spínání. Ukázalo se, že s rostoucím výkonem průchozí větve (generovaným nejprve pomocí spektrálního analyzátoru Agilent N1996 výkonem do 10 dBm a poté pomocí generátoru Agilent 33250A) klesá rozdíl zkrat/rozpojeno. Tato skutečnost ale není způsobena přesycováním materiálu, jak bylo původně uvažováno, ale obvodem spínače. Vysokofrekvenční proud je transformován na spínané vinutí a prochází parazitní kapacitou diod. Při dalším měření byla zhotovena tabulka níže. Ukazuje napětí z generátoru a výkony, naměřené na spektrálním analyzátoru. Fáze impuls odpovídá době, kdy na gate spínače přichází impuls a zkratovává primár, čímž otevírá cestu v proud. Fáze ticho je doba, kdy je primár rozpojen a stejně jako sekundár má vysokou impedanci. A konečně fáze ticho bez diod odpovídá výkonu, který byl přijímán při odpojení obvodu spínače. Je vidět, že tlumící efekt obvodu se rapidně snižuje. Je proto vhodné toto zapojení zdokonalit a použít diody s co nejmenšími parazitními kapacitami.

Tabulka 4: Měření impedančního transformátoru (popis viz text výše)

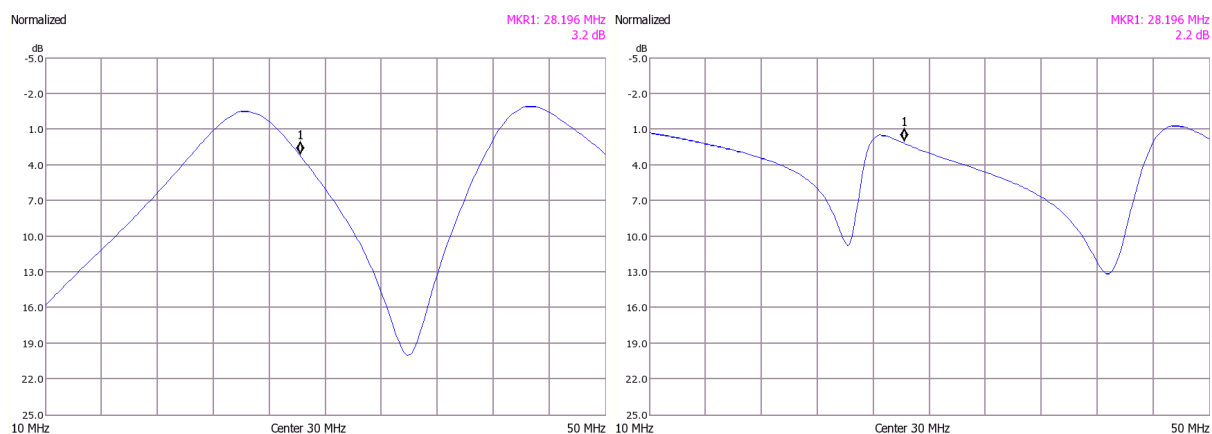
napětí generátoru U_{p-p} [V]	fáze impuls (malý útlum) P_{II} [dBm]	fáze ticho (velký útlum) P_{-} [dBm]	fáze ticho bez diod P_x [dBm]	rozdíl rozpojeno/zkrat v obvodu spínače P_o [dB]	rozdíl rozpojeno/zkrat samotného transformátoru P_s [dB]
0,01	-43	-55	-58	12	15
0,1	-23,56	-35,33	-39,7	11,77	16,14
0,5	-9,62	-21,5	-25,8	11,88	16,18
1	-3,78	-15,57	-19,93	11,79	16,15
2	2,24	-8,04	-13,94	10,28	16,18
5	12,15	3,26	-5,9	8,89	18,05
7	15,07	6,56	-2,88	8,51	17,95
10	18,21	12,77	0,48	5,44	17,73

Závislost rozdílu útlumu zkrat/rozpojeno na napětí generátoru do průchozí větve, $f = 28$ MHz



Obr. 57: Rozdíl v útlumu zkrat/rozpojeno byl pro samotný transformátor daleko lepší než při zapojení v obvodu spínače, kde výrazně klesal se zvyšujícím se výkonem

Při návrhu imp. transformátoru je vhodné zamyslet se nad dalšími jevy, např. mezizávitovou kapacitou – v případě testování impedančního transformátoru D byla provedena modifikace a navinuto maximum závitů. Při měření bylo zjištěno, že zřejmě vlivem mezizávitových kapacit přenosová charakteristika vykazuje parazitní maxima respektive minima (viz obr. 58) a hodnoty útlumu v tlumicím ani propustném režimu nejsou použitelné.



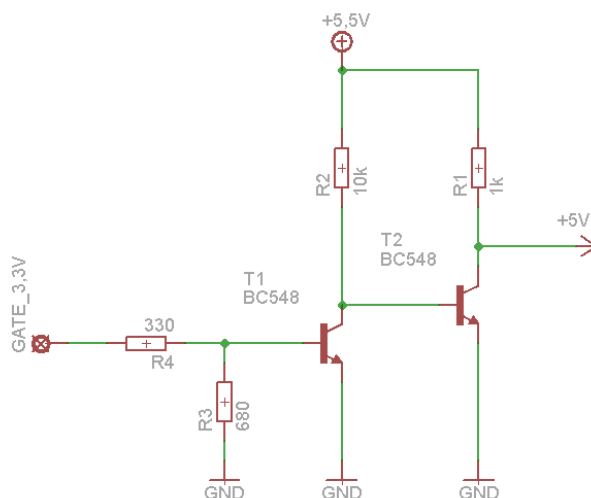
Obr. 58: Průběhy přenosu modifikovaného impedančního transformátoru D (maximální počet závitů) s rozpojeným (vlevo) a zkratovaným (vpravo) primárním vinutím; hodnoty přenosu jsou špatné zřejmě vlivem mezizávitových kapacit, je nutné najít max. vhodný počet závitů

Shrnutí kapitoly 6.6:

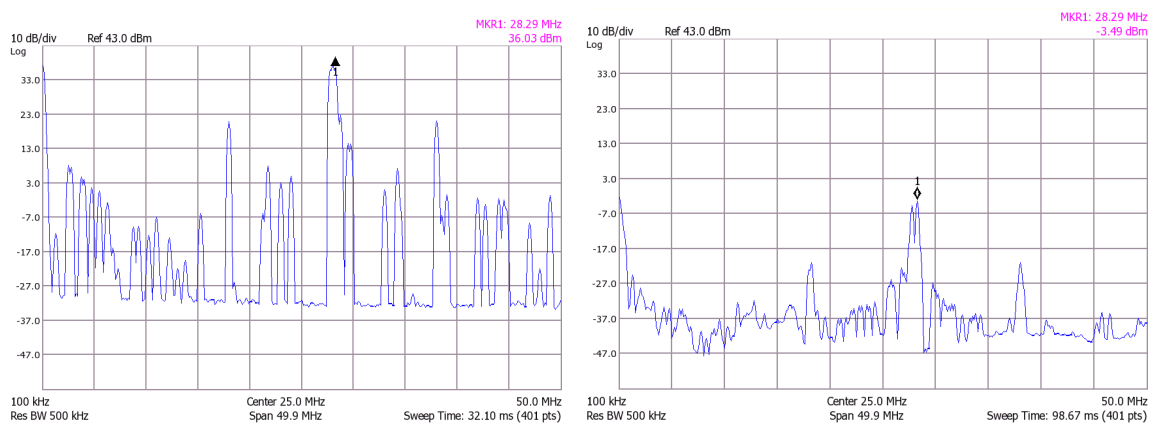
Došel jsem k závěru, že impedanční transformátor je použitelným řešením pro obvodové oddělení, transformátor lze navinout relativně širokopásmově, při měření mimo spínací obvod bylo dosaženo útlumu až 50 dB, při optimálním počtu závitů a vhodné obvodové konstelaci se jistě dá dosáhnout útlumu ještě daleko většího.

6.7 Výkonový zesilovač

Pro výkonové zesílení impulzů je využit zesilovač australské firmy Tomco, model BTM00250-Alpha SA Issue B., pracující v pásmu 500 kHz - 150 MHz. Při vstupním výkonu 0 dBm dává na výstupu při napájecím napětí 48V až 250 W pulzně, kontinuálně je schopen poskytovat signál o výkonu 50 W. Zesilovač je hradlovaný signálem 5 V, zesílený signál odebíráme z výstupu RF output. Za tímto účelem program, který ovládá desku radioprocesoru nastaví podle délky budícího impulzu na digitálních výstupních pinech jedničkový signál s úrovní 3,3 V. Tento impulz je pro gate výkonového zesilovače nedostatečný, proto byl sestaven jednoduchý spínač, který na výstup v aktivní době poskytuje napětí 5 V. Prioritou pro tuto aplikaci je rychlost, proto byly voleny tranzistory BC548 s transientním kmitočtem 300 MHz.



Obr. 59: Obvodové zapojení spínače pro klíčování výkonového zesilovače



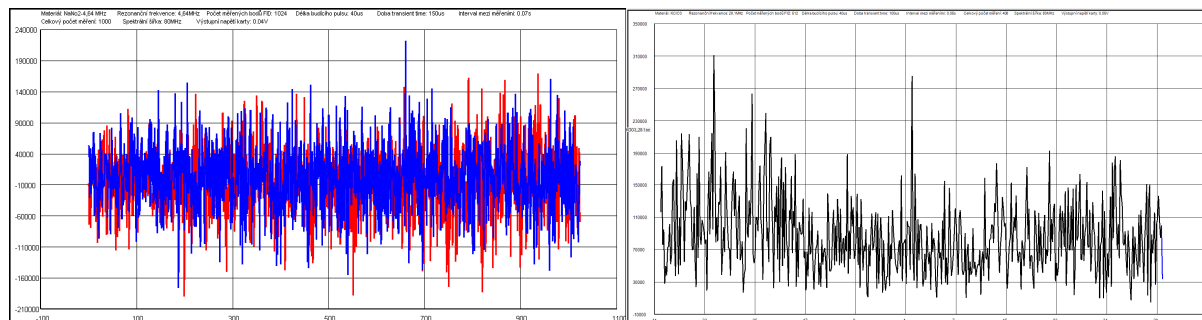
Obr. 60: Výkonově ilustrativní frekvenční spektrum za výkonovým zesilovačem Tomco (vlevo) a za párem nízkošumových předzesilovačů MiniCircuits (vpravo) při výstupní úrovni napětí radioprocesoru 1 V, funkce max. hold, průměrování po cca 2 min, lze pozorovat, že spektrum za zes. Tomco obsahuje mnoho nežádoucích postranních složek (pravděpodobně z velké části způsobeno pulzním buzením, přestože poměrně pěkným sinem 28 MHz), peak na 28 MHz má hodnotu 36 dBm, tj. **3,9 W**; současně je v tomto grafu zvýšená úroveň šumu kvůli vloženému útlumu 40 dB spektrálního analyzátoru; ve stejném okamžiku byl výkon za sondou, pí-článkem a nízkošumovými předzesilovači -3,49 dBm, tj. **0,45 mW**; postranní pásma jsou zde filtrací pí-článku slušně omezena

7 Měření

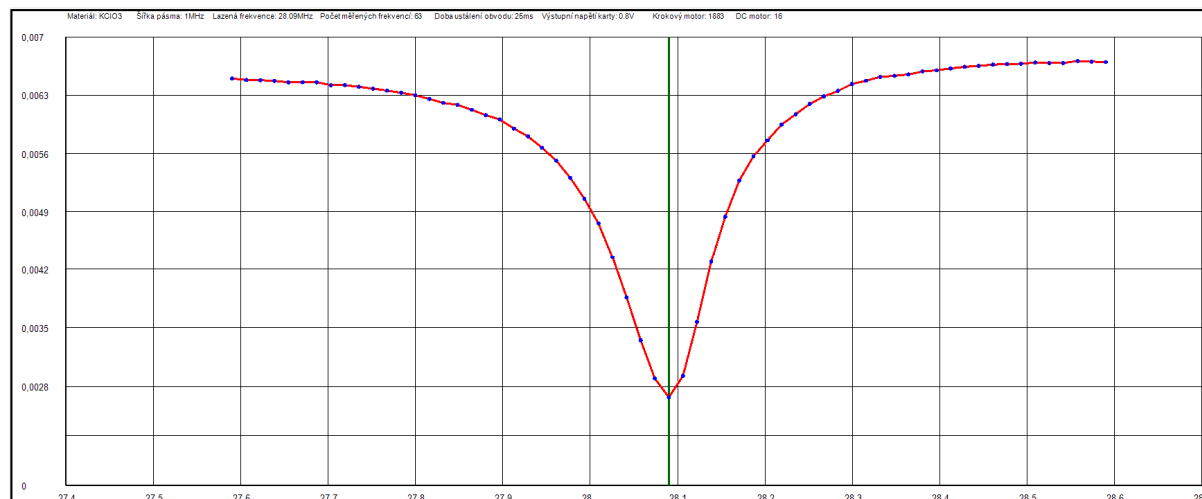
7.1 Kalibrace a ladění pracoviště

Po shromáždění všech nezbytných komponent obvodu a sestavení pracoviště následovalo ladění sondy. K tomu byl použit zmíněný coupler. Přímá vlna vycházela z radioprocesoru do sondy, pí-článku a za ním zapojeného páru zesilovačů, přičemž druhý z nich byl zakončen $50\ \Omega$ zátěží. Vynechán byl tedy výkonový zesilovač a blok diod, diody se totiž nízkým napětím neotevíraly. Odražená vlna putovala ze zátěže zpět do coupleru a byla vyhodnocována deskou radioprocesoru. Radioprocesor vysílá kmitočty se zadaným krokem a pomocí coupleru měří úroveň odražené vlny, jednotlivá měření pak vynáší do grafu (viz níže). Ladění bylo většinou započnuto s velkým frekvenčním krokem, po nalezení minima se toto minimum ladilo na požadovaný rezonanční kmitočet a laděné pásmo se snižovalo až na 200 kHz, současně se přizpůsobovalo druhým trimrem na co nejhlubší minimum křivky.

Pro omezení vysokofrekvenčního rušení byly do obvodu zaneseny feritové perly zakoupené v GES s názvem FEC 6,5. Tyto perly představují pro vysokofrekvenční signály impedanci, pro kmitočty 50 MHz cca $225\ \Omega$, pro 500 MHz pak asi $400\ \Omega$.



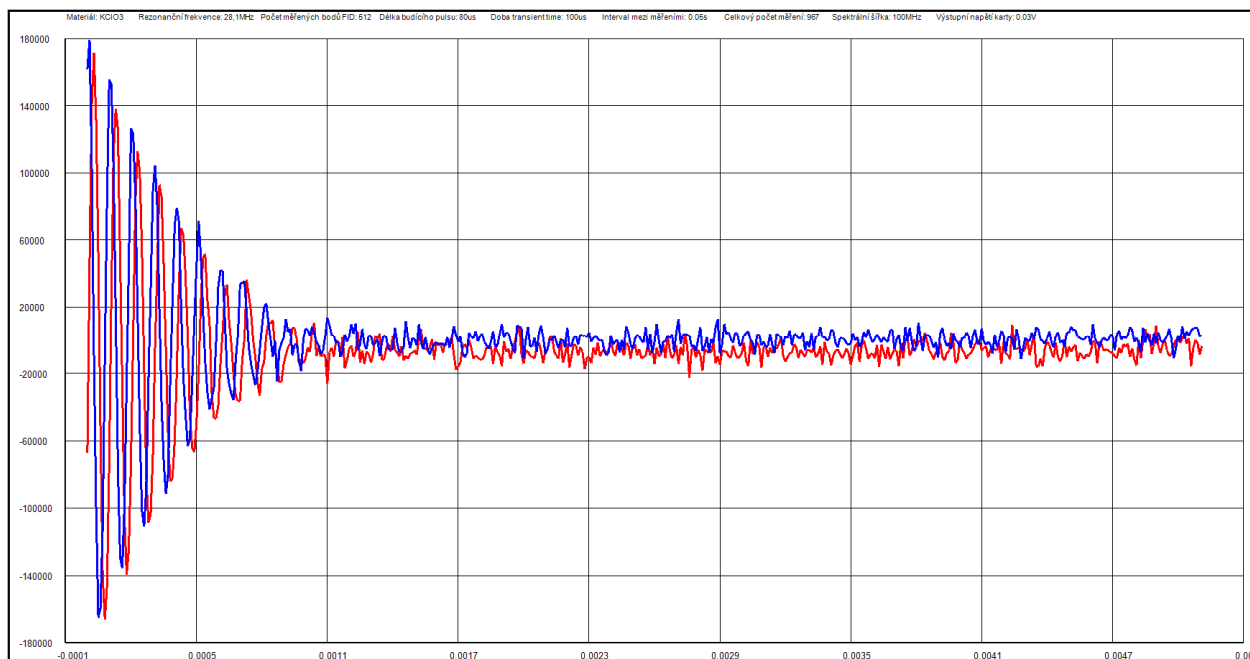
Obr. 61: Bez přesného naladění sondy nebo při vynechání některé z nezbytných komponent je naměřen šum (vlevo časová odezva, barevně rozlišené jednotlivé složky kvadraturní detekce, vpravo pak z odezvy vypočítané frekvenční spektrum)



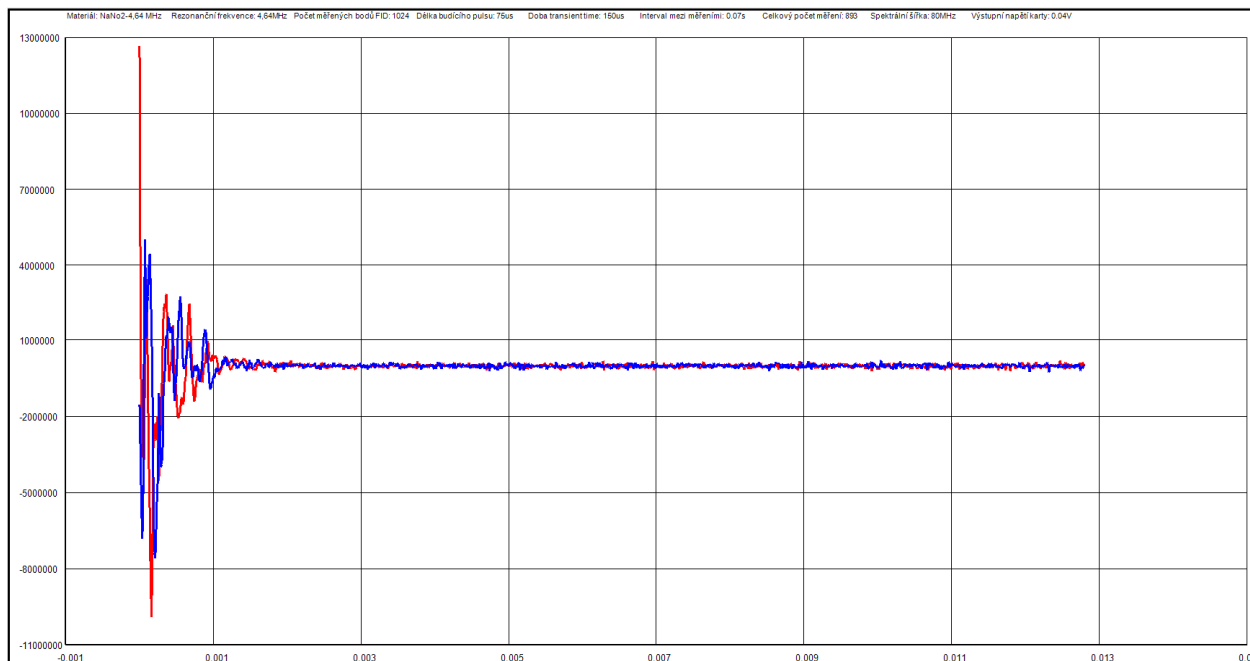
Obr. 62: Ladicí křivka sondy navržené na 28 MHz z firmy Prototypa v podstatě zobrazuje průběh činitele odrazu v závislosti na kmitočtu v reálném čase; pro naladění je nutno vhodně zvolit kombinaci hodnot ladicích kondenzátorů v rezonanci a kondenzátoru přizpůsobovacího; na obrázku lze pozorovat výborné naladění sondy v pásmu asi 10 kHz na měřeném kmitočtu 28,09 MHz, velmi dobře použitelné v pásmu 28,05 – 28,15 MHz

7.2 Výsledky měření a diskuze

Hodnoty na ose y jsou výstupem A/D převodníku a jejich vyhodnocení bylo prováděno empiricky, osa x zobrazuje čas v sekundách. Modrá a červená složka znázorňují I, Q složky kvadraturní detekce, ze kterých se skládá skutečný FID.

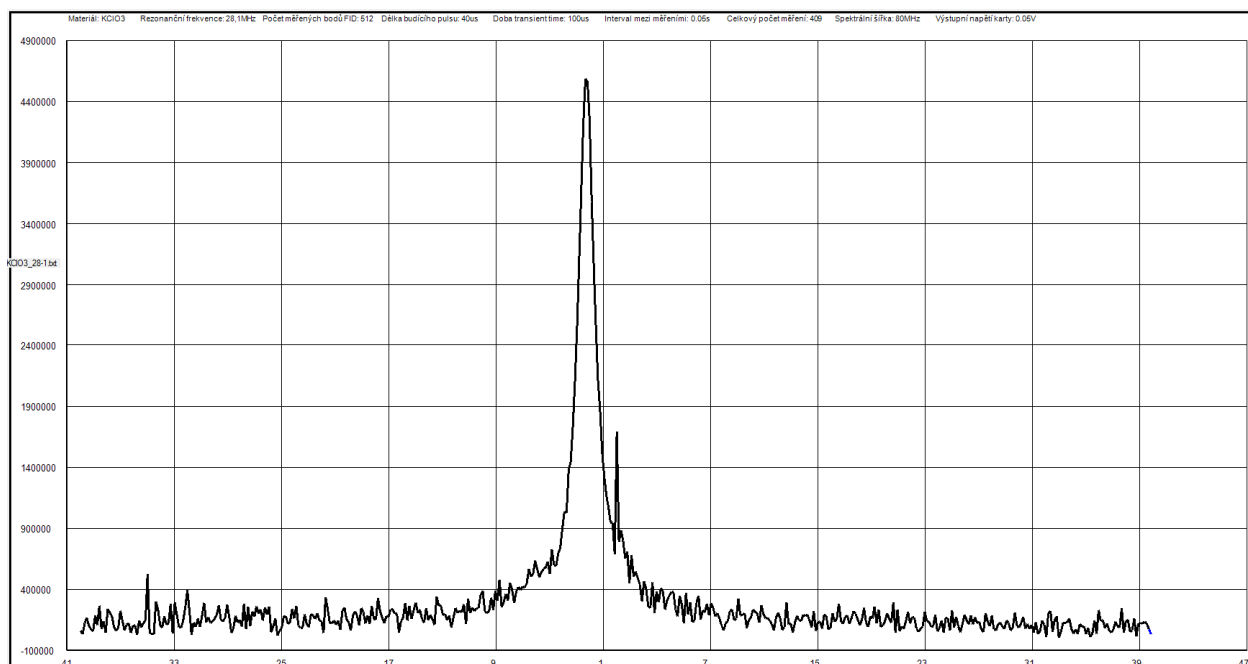


Obr. 63: FID materiálu $KClO_3$ na kmitočtu 28,1 MHz (počet měřených bodů 512, délka budicího impulsu 80 μs , mrtvá doba 100 μs , interval mezi měřeními 0,05 s, spektrální šířka 100 kHz a výstupní úroveň napětí 30 mV), časová odezva trvá asi 1 ms

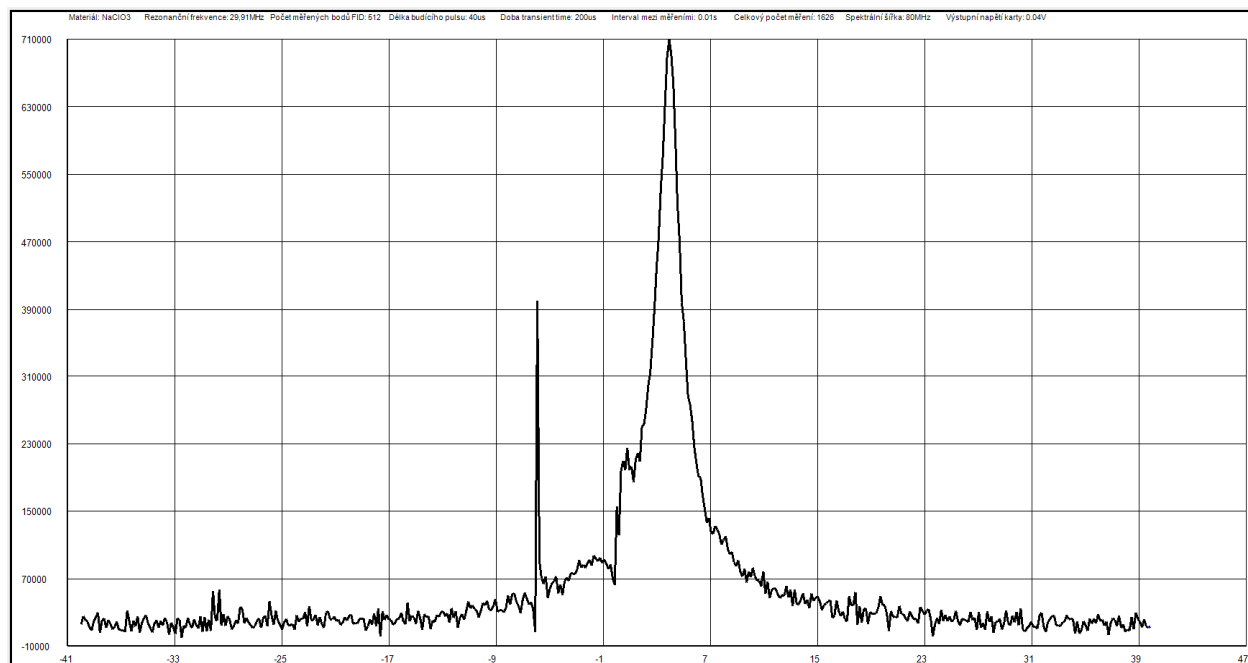


Obr. 64: FID materiálu $NaNO_2$ na kmitočtu 4,64 MHz (počet měřených bodů 1024, délka budicího impulsu 75 μs , mrtvá doba 150 μs , interval mezi měřeními 0,07 s, spektrální šířka 80 kHz a výstupní úroveň napětí 40 mV)

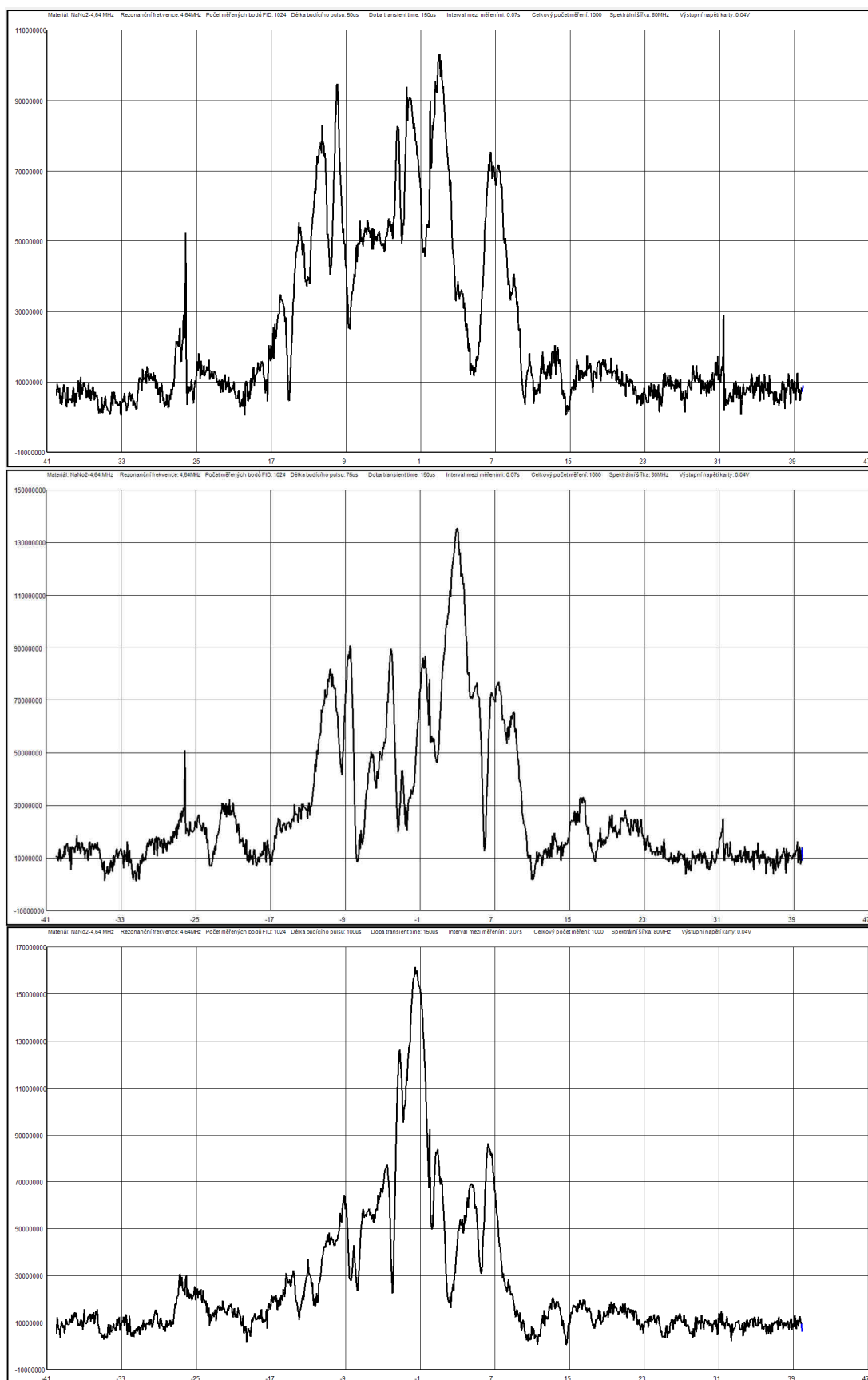
Po provedení kumulací v čase byl signál převeden do kmitočtové oblasti, na obrázcích níže lze pozorovat obdržené spektrum. Osa x je v kHz, osa y poměrná jednotka z A/D převodníku. Pro zde zobrazená spektra bylo využito 1000 realizací signálu, ostatní parametry viz popisky.



Obr. 65: Spektrální odezva materiálu $KClO_3$ na kmitočtu 28,1 MHz (počet měřených bodů 512, délka budicího impulzu 40 μ s, mrtvá doba 100 μ s, interval mezi měřeními 0,05 s, spektrální šířka 80 kHz a výstupní úroveň napětí 50 mV)



Obr. 66: Spektrální odezva materiálu $NaClO_3$ na kmitočtu 29,91 MHz (počet měřených bodů 512, délka budicího impulzu 40 μ s, mrtvá doba 200 μ s, interval mezi měřeními 0,01 s, spektrální šířka 80 kHz a výstupní úroveň napětí 40 mV)



Obr. 67: Spektrální odezva materiálu NaNO_2 na kmitočtu 4,64 MHz pro tři různé délky budicích impulzů, odshora 50, 75 a 100 μs (počet měřených bodů 1024, mrtvá doba 150 μs , interval mezi měřeními 0,07 s, spektrální šířka 80 kHz a výstupní úroveň napětí 40 mV)

Z obrázků výše lze pozorovat, že spektrální odezva některých látek je nezpochybnitelná. Měření bylo vždy ověřováno vysunutím vzorku z měřicí cívky. Za poznamenání stojí, že se rezonance obvodu mírně posunuje pouhou přítomností vzorku, je proto vhodné rezonanční obvod naladit za přítomnosti vzorku. Při měření se ve spektrální odezvě často projevovaly zřetelné úzkopásmové artefakty, tyto nežádoucí složky mohou být způsobeny nelinearitami v obvodu, nelineárním napájením, rušením z okolních spotřebičů, rušením z éteru. Bylo vyzorováno, že ve večerních hodinách ustává okolní šum, vliv mohou mít radioamatéři, transformátory, silové rozvody a nespočet dalších prvků. Po 18:00 byla úroveň šumu značně nižší, nejlepší spektra byla získána právě v tuto dobu. Taktéž bylo ověřováno, jestli se spektrální odezva buzením na kmitočtu o několik kHz odlišném pohybuje ve spektru. Artefakty nesouvisející se vzorkem setrvaly na stejném místě, zatímco odezva vzorku se vybudila na jiné frekvenci.

Spektrální odezvy jsou závislé na parametrech buzení, zejména délce budícího impulsu, pro nejsilnější spektrální odezvu je nutno najít optimální délku budícího impulsu. Při měření chlorečnanu draselného bylo v daných podmínkách zaznamenáno zvyšování intenzity hlavní spektrální čáry až do 80 μ s, přičemž signál ve spektru setrval silný až do 200 μ s. Jindy se naopak signál nepodařilo zachytit pod 100 μ s a jako optimální hodnota se jeví 150 μ s. Neméně významná pro správnou detekci je úroveň vybuzení, pro naši aplikaci to bylo optimálně 30 - 40 mV napětí špička špička, což byla hodnota, vysílaná do výkonového zesilovače Tomco, který tomuto signálu přidal výkonově asi 54 dB. Příliš vysokou úroveň se vzorek přebudí a NQR odezva je nulová, neplatí zde tedy čím více, tím lépe. Předpokladem pro snímání odezvy FID je správně nastavená mrtvá doba, tzv. transient time. Tato doba musí být optimálně zvolena, aby se zesilovače stihly ustálit. Je nutné počkat, až pominou přechodové děje, jenž jsou zdrojem nelinearit. Neméně důležité je pro správné měření vhodně nastavit spektrální šířku. Digitální filtrace má svá úskalí a limity, při příliš úzce nastaveném pásmu dochází k podvzorkování signálu a ztrátě užitečných dat, proto bylo při měření nastavováno většinou 50 a více kHz. Při výborném příjmu odezvy NQR s několika nízkourovňovými artefakty byla změněna šířka pásma na 10 kHz a spektrum bylo zcela bez NQR odezvy, při nastavení pásma na 100 kHz byla v daných podmínkách naměřena silná spektrální čára zcela bez artefaktů. Dalším parametrem v nastavení programu je interval mezi měřeními, ten je pak logicky nutné volit tak, aby se do něj všechny děje vešly. Používaná kumulační metoda vyžaduje n realizací signálu. Pro zajištění objektivitu srovnání je nutné tuto hodnotu zvolit dostatečně velkou, aby se i malé signály mohly projevit, na druhou stranu příliš velké n způsobí kromě prodloužení měření zesílení artefaktů, zesílení korelovaných šumů a v důsledku i relativní snížení intenzity signálu, přestože absolutně se užitečný signál vždy zvětší. Počet realizací byl tedy volen obvykle 1000. V souladu s teoretickými poznatky byl vyzorován vliv teploty okolí a atmosférického tlaku, na obvyklých kmitočtech a nastavených parametrech se nedařilo najít NQR odezvy když bylo v laboratoři příliš teplo nebo v době nízkého atmosférického tlaku před bouří.

Z časových odezev FID šlo mnohdy již po několika budících periodách prohlásit, jestli je detekovaný prvek přítomen, či nikoliv.

7.3 Minimální detekovatelná množství

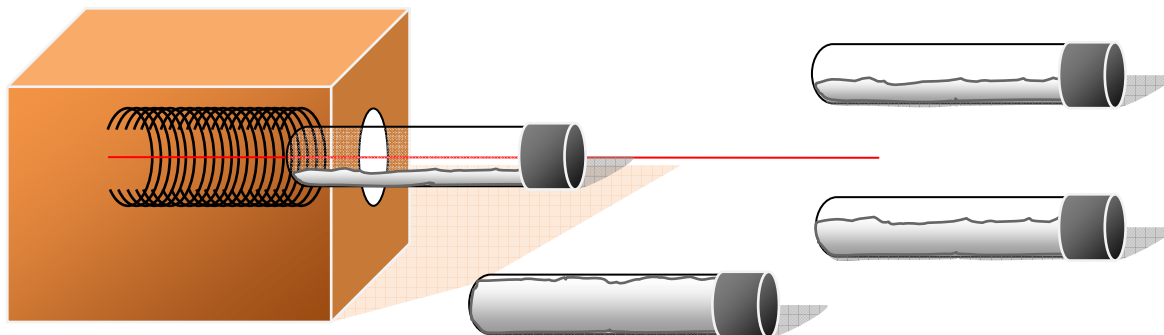
Jedním z cílů práce bylo určit minimální NQR detekovatelná množství látek, tento úkol byl částečně splněn, jeho objektivita ale naráží na nejedno úskalí. Jak plyne z teoretické části, základním parametrem pro intenzitu signálu pro danou cívku je její činitel plnění. Proto se lze domnívat, že úroveň signálu bude stejná pro malou cívku s malým množstvím vzorku a pro velkou cívku s objemným vzorkem. Dalším problémem je distribuce elektromagnetického pole v takové cívce, postupným ubíráním objemu vzorku ze zkumavky se sice zmenšuje jeho

množství v cívce, otázkou ale je, jaké množství siločar prochází daným vzorkem a tedy má možnost s tímto polem interagovat. Mezi další úskalí patří časová nestálost měření, prášková konstanta, tedy jakási nehomogenita materiálu, ale i skutečnost, že změnou objemu se rezonanční obvod rozladí. Po pečlivém naladění (napětový poměr $S/N = 6$) a ověření spektrální odezvy jsem se rozhodl zapisovat intenzitu hlavní spektrální složky hodnoty $KClO_3$, zjistil jsem ale, že toto nemá smysl a rozhodl jsem se měření popsat subjektivně.

Tabulka 5: Tabulka měření NQR odezvy signálu $KClO_3$ v závislosti na hmotnosti

hmotnost zkumavky se vzorkem [g]	hmotnost vzorku [g]	časová odezva FID	spektrální odezva
24,95	12,09	silná	silná
14,50	1,64	žádná	žádná
15,01	2,15	žádná	žádná
17,29	4,43	rozpoznatelná	neznatelná
19,61	6,75	rozpoznatelná	rozpoznatelná
20,71	7,85	slabá	rozpoznatelná
24,75	11,89	slabá	slabá

Nejprve byla tedy zkumavka plná, obsah jsem vysypal a měřil a po částech přisypával. Bohužel po opětovném naplnění zkumavky, zřejmě vlivem promíchání materiálu byla intenzita spektrální odezvy S/N pouze 2. Hodnota S/N označená v tabulce jako rozpoznatelná dosahovala úrovně 1,8. Pro rovnoměrnou distribuci jsem se snažil do horizontálně umístěné cívky krystal chlorečnanu vždy rozmístit tak, aby hladina prášku ve zkumavce byla vodorovná.



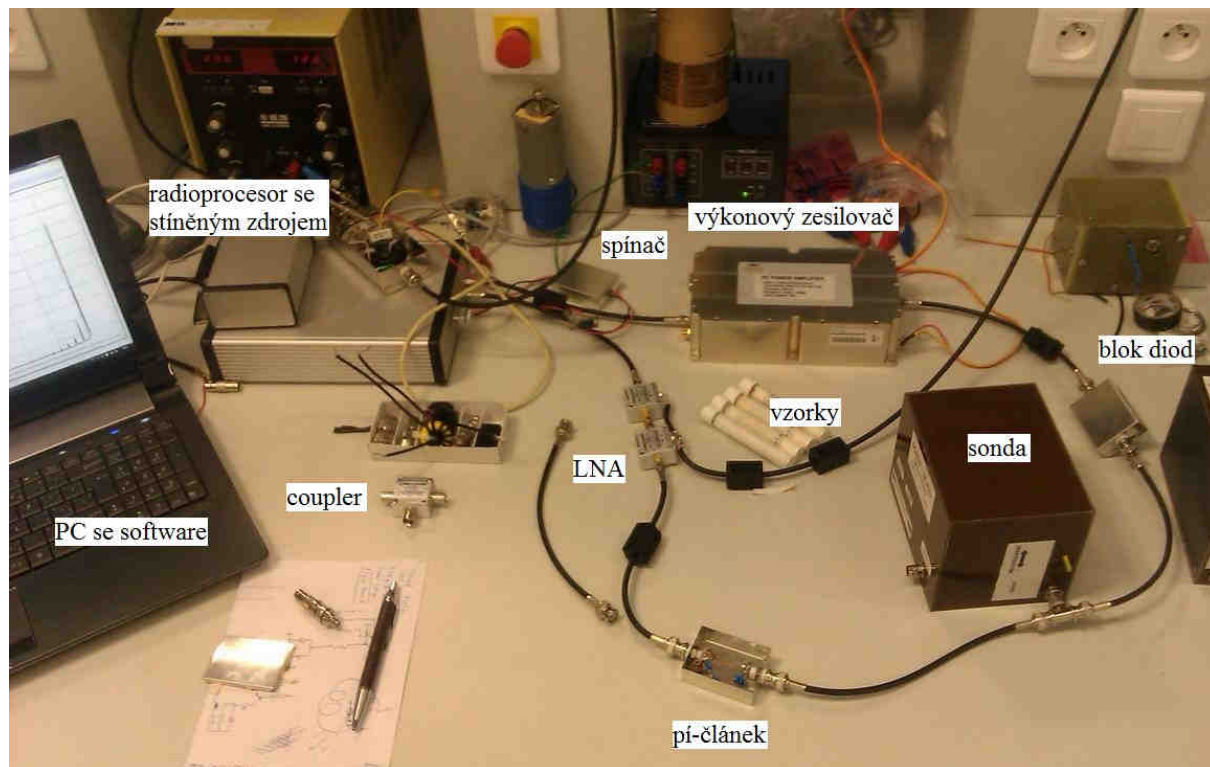
Obr. 68: Princip měření minimálního detekovatelného množství $KClO_3$ na 28,09 MHz, červená úsečka vyznačuje střed cívky s maximem elektromagnetického pole, zkumavka zaplněná nad polovinu objemu má proto výrazně vyšší hodnotu signálu, nárůst úrovně signálu v závislosti na objemu je nelineární

Shrnutí kapitoly 7.3:

Při měření na cívce o objemu asi 30 cm^3 bylo měřeno za použití zkumavky o objemu 17 cm^3 zjištěno minimální detekovatelné množství $KClO_3$ přibližně 7 g. Pro látky se slabším signálem měření v dané konfiguraci nemá význam. Vliv má jistě relaxace krystalické struktury materiálu, měření byla prováděna v těsném sledu, promícháním materiálu se změnila prášková konstanta. Při zohlednění a potlačení zásadních negativních vlivů (např. kdyby se prášek nechal před každým měřením několik hodin rekrystalizovat) by jistě bylo možné citlivost měření významně zlepšit.

7.4 Měřicí pracoviště NQR

Ve školní laboratoři nebylo možno otestovat měření skutečných výbušin, např. hexogenu, který jsme měli možnost detekovat na v rámci této práce zhotovené cívce ve firmě Prototypa, a.s. Podmínkou pro takové měření je totiž přítomnost pyrotechnika.



Obr. 69: Uspořádání měřicího pracoviště NQR při měření odezvy

V rámci práce byly úspěšně detekovány předložené chemikálie – KClO_3 , NaClO_3 a NaNO_2 . Pracoviště bylo otestováno i se zapůjčeným nízkošumovým zesilovačem Miteq AU-1647, s tímto zesilovačem bylo provedeno porovnání úrovní signálů. Byly otestovány různé konfigurace zapojení nízkošumových zesilovačů, běžně měření probíhalo na dvou zesilovačích MiniCircuits ZFL-1000LN, nejlepší získaná hodnota poměru S/N pro toto zapojení byla 27 dB. Při zapojení pouze zesilovače Miteq byla nejlepší obdržaná hodnota S/N 38 dB, v konfiguraci AU-1647 + 1x ZFL-1000LN 33,8 dB a nakonec Miteq a za ním oba LNA firmy MiniCircuits dávaly hodnotu S/N 22 dB. Je tedy vidět, že skvělé parametry zesilovače Miteq, zejména jeho zisk a velmi nízké šumové číslo prospívají kvalitě měření, s rostoucím počtem zesilovačů roste sice signál, ale současně stoupá nežádoucí hladina šumu.

Tabulka 6: Přehled zkoumaných sloučenin

název	jiný název	chem. vzorec	laděný rezonanční kmitočet	poznámka
Chlorečnan draselný	Bertholetova sůl	KClO ₃	28,09 MHz	silný signál, měřeno na UTEE
Chlorečnan sodný	Travex	NaClO ₃	29,93 MHz	dobrý signál, měřeno na UTEE
Dusitan sodný	-	NaNO ₂	3,6 a 4,64 MHz	slabší signál, měřeno na UTEE
Hexogen	RDX	(CH ₂ -N-NO ₂) ₃	3,41 a 5,192 MHz	slabý signál, měřeno v Prototypě
Oktogen	HMX	C ₄ H ₈ N ₈ O ₈	5 a 3,5 MHz	neměřeno
Pentrit	PETN	C(CH ₂ ONO ₂) ₄	1 MHz	neměřeno

Jedním z nejefektivnějších experimentů byl zřejmě ten, kdy se započalo měření s prázdnou cívkou - v okně programu se vykresloval pouze šum v čase (viz obr. 60) a po vsunutí vzorku se okamžitě začal formovat FID a šum se integroval k nule, předpokladem bylo dobré naladění a dobré šumové poměry.

Sonda, na které probíhalo měření, je majetkem firmy Prototypa, a.s.

Software, který byl použit pro generování a vyhodnocení NQR signálů je majetkem firmy Prototypa, a.s., zhotovený v rámci projektu FR-TII/130 s názvem "Výzkum a vývoj systémů pro identifikaci výbušnin". Nositelem úkolu je firma Explosia a.s., spolunositel ÚFCH JH a spolupracující firma Prototypa a.s., software bude použit jen a pouze pro studijní účely.

Firma Prototypa v souladu se závěry oponentního řízení výše uvedeného úkolu umožnila využívat vyvinutý prototyp jako inspirativní vzor pro další výzkum a vzdělávání na vysokých školách. Souběžně byly zadány tři diplomové práce se zaměřením na NQR. Tato práce měla za cíl vytvořit školní pracoviště, které by bylo z hlediska komponentů nezávislé na inspirativním vzoru, což by umožnilo srovnávání výsledků a další rozvoj metody NQR na VUT v Brně. Řada experimentů spojených s dalšími dvěma diplomovými pracemi probíhala v závěru i na tomto školním pracovišti. Tento týmový způsob práce vycházel z dosavadního stylu spolupráce UTEE - Prototypa a velmi se osvědčil.

8 Závěr

V diplomové práci byly popsány základní principy nukleární kvadrupólové rezonance, snahou bylo nezabřednout příliš do složité fyzikální podstaty, jenž vyžaduje hlubší znalost jaderné fyziky a vyšší matematiky. Práce popisuje historii a současnou situaci NQR detekce, řadu překážek při detekci NQR aktivních látek a široké pole možností budoucího využití tohoto fenoménu. Práce popisuje způsoby docílení dostatečné citlivosti příjmu, rozebírá možnosti obvodového zapojení, oba typy rezonančních obvodů, možnosti přizpůsobení a různé způsoby obvodového oddělení. Byly navrženy pí-články třetího a pátého řádu, proměřeny a optimalizovány z hlediska pracovního kmitočtu. Pí-článek ve funkci obvodového oddělovače lze nahradit impedančním transformátorem, v rámci práce bylo zhotoveno několik impedančních transformátorů, měření ukazují, že impedanční transformátor lze navrhnout velmi širokopásmově s velmi dobrým útlumem. Práce obsahuje návrh spínače transformátoru, ten se však při vyšších výkonech nejevil ideálně. V rámci práce bylo realizováno pracoviště NQR na Ústavu teoretické a experimentální elektrotechniky VUT na kterém byly úspěšně detekovány předložené chemikálie KClO_3 , NaClO_3 a NaNO_2 , kde rezonoval izotop dusíku ^{14}N a chloru ^{35}Cl . Při daných rozměrech měřicí cívky s objemem 17 cm^3 bylo určeno minimální detekovatelné množství chlorečnanu draselného na 7 g. V rámci práce byla navštěvována firma Prototypa, a.s., kde jsem získal mnoho praktických zkušeností s problematikou NQR detekce. K vytvoření experimentálního pracoviště byl využit nepostradatelný software a měřicí sonda z firmy Prototypa, a.s., které patří mé díky.

9 Reference

- [1] FRAISSARD, J., LAPINA, O. *Explosives Detection using Magnetic and Nuclear Resonance Techniques*. Springer, 2009. ISBN: 978-90-481-3061-0
- [2] Danish Research Centre for Magnetic Resonance. *A classical explanation of Magnetic Resonance and relaxation*. [online] Dostupné na <<http://www.drcmr.dk/MR>>
- [3] FCH VUT Brno, prof. RNDr. FRIEDL Z., CSc., přednáška: *NMR Spektroskopie, Instrumentální a strukturní analýza*. [online] 68 stran. Dostupné na <http://www.fch.vutbr.cz/ictep/studijni_materialy/ISA-NMR/NMR%20spektroskopie.pdf>
- [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] International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems. Volume 1, Number 3. *Nuclear Quadrupole Resonance for Explosive Detection*. [online] September 2008. Dostupné na <http://www.s2is.org/Issues/v1/n3/papers/paper8.pdf>.
- [6] FEKT VUT Brno, UBMI, Doc. Ing. DRASTICH A., CSc. přednáška: *Zobrazovací systémy v lékařství AZSL-MRI*, 2009. 265 stran.
- [7] ReviseMRI.com, [online], dostupné na <<http://www.revisemri.com/>>
- [8] Wikipedia.org: *Nuclear magnetic resonance* [online], dostupné na <<http://en.wikipedia.org/>>
- [9] SATHYANARAYANA, D.N. *Introduction to Magnetic Resonance Spectroscopy ESR, NMR, NQR*. I.K. International Publishing House, 2009. ISBN-13: 978-9380026251
- [10] MARSHALL, M., OXLEY, J.C. *Aspects of Explosives Detection*. Elsevier, 2009. ISBN-13: 978-0123745330
- [11] CLARK, W.G., McNEIL, J.A. *Single Coil Series Resonant Circuit for Pulsed Nuclear Resonance*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 44, No. 7, July 1973
- [12] MILLER, J.B. *Nuclear Quadrupole Resonance Detection of Explosives*. (Chemistry Division, Code 6120, Naval Research Laboratory, Washington DC, 20375, USA) Elsevier, 2007.
- [13] 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.
- [14] SUITS, B.H. *Nuclear Quadrupole Resonance Spectroscopy (Physics Department, Michigan Technological University, Houston, USA)* - VIJ, D.R. *Handbook of applied solid state spectroscopy*. ISBN-10: 0387324976. Springer, July 2006.
- [15] HIBLOT, N., CORDIER, B., FERRARI, M., RETOURNARD, A., GRANDCLAUDE, D., BEDET, J., LECLERC, S., CANET, D. *A fully homemade ¹⁴N quadrupole resonance spectrometer*. (Methodologie RMN, Nancy-Universite, Universite Henri-Poincare, France) C.R. Chimie (11) 2008. s. 568-579.

- [16] PROKEŠ, A. *Rádiové přijímače a vysílače. Přednášky*. FEKT VUT Brno, Ústav radioelektroniky: MJ Servis s.r.o., 2004. s. 1 (s.) ISBN: 80-214-2263- 7.
- [17] KUBÁSEK, R.; AL KHADDOUR, M. Building NMR/ NQR Spectrometer. In *Piers Moscow Proceading*. Moskva: PIERS, 2012. s. 1-4. ISBN: 978-1-934142-22- 6.
- [18] Coil32 - freeware coil inductance calculator. [online]. [cit. 2013-05-22]. Dostupné z: <http://coil32.narod.ru/index-en.html>
- [19] ANDRLE, M. Jak vyčenichat výbušninu?. *21. století*. [online] 19/8/2011 [cit. 20/5/2013]. ISSN 1214-1097. Dostupné z: <http://21stoleti.cz/blog/2011/08/19/jak-vycenichat-vybusninu/>
- [20] Král B., Fiala I, Staněk, M: NQR - perspektivní metoda detekce výbušnin, drog a léků. Workshop - UTEE duben 2013
- [21] Pi and Pi/L network calculator. [online]. [cit. 2013-05-23]. Dostupné z: www5a.biglobe.ne.jp/jh2clv/main2/pi-lcalc5.xls
- [22] SpinCore: RadioProcessor Specifications. [online]. [cit. 2013-05-23]. Dostupné z: <http://spincore.com/products/RadioProcessor/RadioProcessor.shtml>

Seznam zkratek

Proměnné a zkratky, které se v textu vyskytují pouze jednou, jsou vysvětleny přímo v textu.

SAR	<i>Specific Absorption Rate</i> – specifická míra absorpce
ESR	<i>Electron Spin Resonance</i> – elektron spinová rezonance
NQR	<i>Nuclear Quadrupole Resonance</i> – nukleární kvadrupólová rezonance
NMR	<i>Nuclear Magnetic Resonance</i> – nukleární magnetická rezonance
MRI	<i>Magnetic Resonance Imaging</i> – zobrazovací metoda NMR
RDX	<i>Hexogen</i> (z angl. R oyal D emolition E xplosive)
HMX	<i>Oktogen</i> (z angl. H igh M elting P oint E xplosive)
RF	<i>Radio Frequency</i>
TNT	<i>Trinitrotoluen</i>
PETN	<i>Pentrit</i>
T ₁	čas spin-mřížkové interakce
T ₂ , T ₂ *	čas spin-spinové interakce