

Magmágneses rezonancia laborgyakorlat

Készítette: *Karsa Anita MSc hallgató és Simon Ferenc egyetemi tanár*
2012 december

A laborgyakorlat helye: Fizika Tsz., F. épület I. lépcsőház alagsor, „Nagyterű ESR és NMR laboratórium”.

I. Bevezetés

A magmágneses rezonancia (NMR) mintegy 70 éve létező anyagvizsgáló, spektroszkópiai módszer amely széleskörben alkalmazott a fizika, kémiai, biológia és orvosi területeken, olyan alkalmazásokkal mint pl. a szupravezetők vizsgálata, fehérjék és más biomolekulák szerkezetvizsgálata gyógyszerkutatásra, kőolaj feltárás, és nem utolsósorban az orvosi célú képalkotás. A laborgyakorlat célja, hogy a Fizika tanszéken 2012-ben üzembe helyezett 300 MHz-es (7 T) NMR berendezés bemutatásán és használatán keresztül bevezetést adjon az NMR spektroszkópiába, ami az orvosi-fizika MSc hallgatók későbbi tanulmányaiban kulcsfontosságú műszer lehet. A gyakorlat deklarált célja, hogy amennyire csak lehet közel hozzuk a hallgatókhoz a műszer használatát úgy, hogy egy NMR mérőfej áramkörének megtervezésében, megépítésében is részt vegyenek. Ebbe beleértendő a mérőfej felépítésének tanulmányozása, majd NMR mérések és alapvető pulzusszekvenciák használata orvosilag is releváns mintákon. A laborgyakorlaton való részvétel az elméleti ismeretekből való alapos felkészülést igényli, a gyakorlat folyamán a hallgatók ezekből az ismeretekből beszámolnak, amely a pontozásba beleszámít.

II. Az elméleti háttér áttekintése

Az NMR spektroszkópia alapja, hogy bizonyos atommagok mágneses momentummal rendelkeznek. Ugyan az elektronok mágneses momentumához képest ez aránylag gyenge (kb. 1000-ed része) mégis az NMR spektroszkópiával e mágnességet manipulálni, a magok kollektív mágneses állapotát pedig kiolvasni (is) tudjuk, így szerevezve információt pl. a magok sűrűségéről adott anyagban vagy a mag környezetéről, a szomszédos kötések elhelyezkedéséről. Az ilyen, ún. NMR aktív magok közül is kiemelkedik a proton (^1H), aminek a legerősebb NMR jele van és az élő szervezetben előforduló leggyakoribb mag ezért orvosi jelentősége igen nagy. Emellett biológiai vizsgálatoknál találkozunk még pl. a ^2H , ^{13}C , ^{14}N , ^{15}N , ^{17}O , ^{19}F , ^{23}Na , ^{31}P , ^{35}Cl , ^{129}Xe , ^{195}Pt magok NMR spektroszkópiájával is.

Az NMR spektroszkópia alapjának bemutatására két módszer lehetséges: 1) fenomenologikus, amelyben a magok kollektív mágnességét, mint klasszikus változót tekintjük, ill. 2) kvantummechanikai, amelyben az egyedi magok magmágnességet a Zeeman-Hamilton operátor sajátértékeiként adjuk meg és ennek időfejlődését tekintjük. Megmutatható, hogy a két leírás ekvivalens, azonban technikailag a klasszikus megközelítés könnyebb és sokkal szemléletesebb, ezért itt is ezt követjük.

Mágneses térbe helyezett mágneses dipólusra forgatónyomaték hat, ezért a mágneses tér körül ún. Larmor-precessziót végez, aminek körfrekvenciája: $\omega = \gamma B$. Itt B a mágneses tér nagysága, γ pedig a (magfüggő) ún. giromágneses faktor, értéke pl. protonra: $\gamma(^1\text{H}) = 2\pi \cdot 42.576 \text{ MHz/T}$.

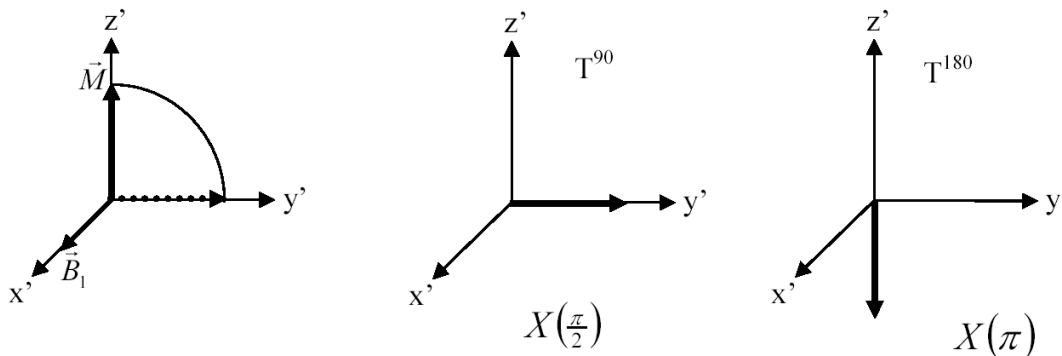
Az atommagok spinjeihez tartozó klasszikus változónak tekinthetjük a mágnesezettséget (térfogategységre jutó dipólsűrűség). Ennek mágneses térben történő

mozgását az ún. Bloch-egyenletek írják le (1). Az egyenletek két minőségileg különböző folyamatot írnak le. Az egyik a vektoriális szorzat miatt megjelenő $\mathbf{M} \times \mathbf{B}$ tengely körüli elfordulás, a másik pedig a minden irányban jelen lévő exponenciális relaxáció. A leírásban a kitüntetett z -iránynak az NMR berendezés alapját képező statikus mágneses tér (nagysága B_0) irányát választjuk. M_0 az a mágneses momentum, ami a minta mágneses térbe való helyezése után kialakul. Az egyensúlyi mágnesszettség z irányú, x - y komponense 0. T_1 és T_2 a azokat a relaxációs időket írják le, mely szerint a mágnesszettség vektora relaxál a z , illetve az x - y irányú egyensúlyi értékeihez. Történelmi okokból T_1 és T_2 -t spin-rács, illetve spin-spin relaxációnak nevezzük.

$$\begin{aligned} \frac{\partial M_z(t)}{\partial t} &= \gamma(\mathbf{M}(t) \times \mathbf{B}(t))_z - \frac{M_z(t) - M_0}{T_1} \\ \frac{\partial M_x(t)}{\partial t} &= \gamma(\mathbf{M}(t) \times \mathbf{B}(t))_x - \frac{M_x(t)}{T_2} \\ \frac{\partial M_y(t)}{\partial t} &= \gamma(\mathbf{M}(t) \times \mathbf{B}(t))_y - \frac{M_y(t)}{T_2} \end{aligned} \quad (1)$$

Az NMR technikában néhány Tesla nagyságú, homogén mágneses térbe helyezett mintában a saját spinnel rendelkező atommagok mágneses momentumai beállnak a tér irányába. A mágneses rezonancia keltéséhez alkalmazunk egy sokkal kisebb (B_1 , nagysága néhány mT) (nagyságú) mágneses teret, aminek iránya (\mathbf{a}) Larmor frekvenciával körbeforog. A B_1 mágneses tér szintén forgatónyomatékokot hoz létre a magspinekre, azonban ennek nagysága sokkal kisebb mint a B_0 térből származóé. Mivel azonban ez a mágneses tér fázisban együtt forog a magspinek mágnesszettségével, ezért a B_1 forgatónyomaték járuléka összeadódik és a magspinek irányát az egyensúlyi z irányból kibillentik.

A B_1 mágneses teret a mintát körülvevő, x vagy y irányú rf (rádiófrekvenciás) tekercs váltakozó ω_L körfrekvenciájú feszültségével keltjük. Amennyiben pl. a magmágnesszettséget egy megfelelően választott B_1 pulzussal az x - y síkba fordítottuk le, a Larmor precessziót végző mágnesszettség a gerjesztést végző tekercsben feszültséget indukál, amit detektálhatunk. A gerjesztés után egy sokkal hosszabb karakterisztikus idejű relaxáció következik, amelynek időbeli lecsengését a tekercsben indukálódó feszültség amplitúdójának változásával követhetjük. A tekercsben indukálódó feszültség alapján a mágneses momentum x és y irányú komponense mérhető.



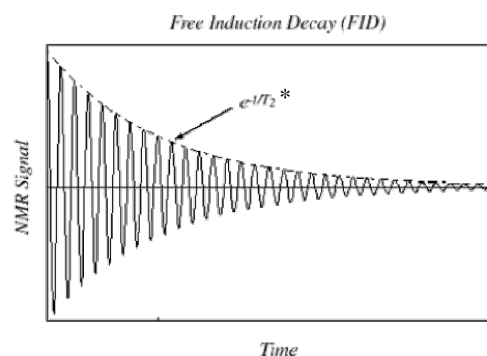
Ábra. Az NMR alapfolyamata. A kezdetben z' irányú mágnesszettséget x' irányú, pulzusszerű B_1 mágneses térrel az y' irányba forgathatjuk. Egy hosszabb pulzussal akár a $-z'$ irányba is forgathatjuk.

A folyamatot legegyszerűbben abban az x', y', z' koordináta rendszerben írhatjuk le, ami a Larmor precesszió körfrekvenciájával a mágnesezettséggel együtt forog (a laboratóriumi az x, y, z rendszer). Az irodalomban és ábráink egy részében az X, Y, Z jelölést is használjuk a forgó koordináta-rendszerre. Ebben a rendszerben a B_1 gerjesztő tér leggyakrabban az x' , vagy y' irányokban áll. Látható, hogy ebben a rendszerben a mágnesezettség a B_1 iránya körül $\omega_R = \gamma B_1$ körfrekvenciával ún. Rabi precessziót fog végezni. Ha a B_1 gerjesztést valamilyen τ ideig alkalmazzuk, akkor végeredményben a leforduló magspin $\omega_R \tau$ szöget fog bezárni az eredeti helyzetével. A mérés során alkalmazott impulzusokat ezzel a szöggel jellemezzük.

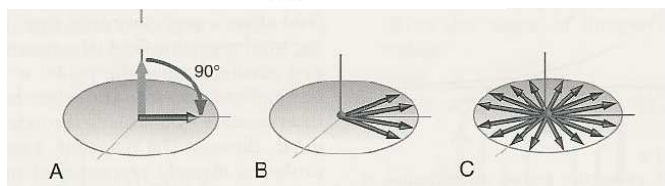
FID

Az ún. FID (Free Induction Decay) felvételénél egyetlen 90° -os impulzust alkalmazunk, aminek következtében a spinek B_0 -ra merőleges helyzetbe kerülnek, így az x - y irányú komponens maximális értéket vesz fel, majd az x - y síkban bekövetkező T_2 relaxációs idejű folyamatnak köszönhetően exponenciálisan eltűnik. Ezzel kapcsolatban két dolgot érdemes megemlíteni. Egyrészt a kapott feszültségamplitúdó lecsengés csak akkor lesz exponenciális, ha a besugárzó B_1 tér frekvenciája pontosan megegyezik a Larmor frekvenciával. Általában egy oszcilláló jelet látunk, amelynek burkolója exponenciális. Másrészt e folyamat időállandója valójában nem a Bloch-egyenletekben szereplő T_2 , ugyanis amit valóban mérünk, az sok momentum fázishelyes összege és mivel a B_0 mágneses tér a valóságban sosem tökéletesen homogén, ezért a spinek kicsit különböző Larmor frekvenciával fognak precesszálni, ami miatt hamar dekoherenssé válnak és bár nem relaxáltak x - y irányban, mégis lecsökken a jelünk, mert a különböző fázisú komponensek kioltják egymást. Ezt a térinhomogenitásból származó relaxációt szokták az ún. T_2^* relaxációs idővel jellemezni (hívjuk még az alább részletezett okokból kifolyólag ún. reverzibilis relaxációs időnek, szemben a T_2 relaxációs idővel, amit irreverzibilis relaxációs időnek is nevezünk). A gyakorlatban amikor bármelyik pulzus típust használjuk, a pulzusok (vagy pulzus-sorozatok) között $10 \cdot T_1$ ideig várunk, hogy a mágnesezettségnek legyen elegendő ideje a z irányba visszaállni. Előfordul, hogy tudatosan nem várunk ennyit, pl. MRI mérésekben ún. T_1 kontrasztos képek készítésekor.

Free Induction Decay (FID)



Ábra. Az FID sémája. A kezdeti $\pi/2$ -es pulzust követően a detektált jel frekvenciája $(\omega_L - \omega)/2\pi$ (itt $\omega/2\pi$ a besugárzó tér frekvenciája), lecsengése exponenciális, mivel a magspinek koherenciája megszűnik az x' - y' síkban.

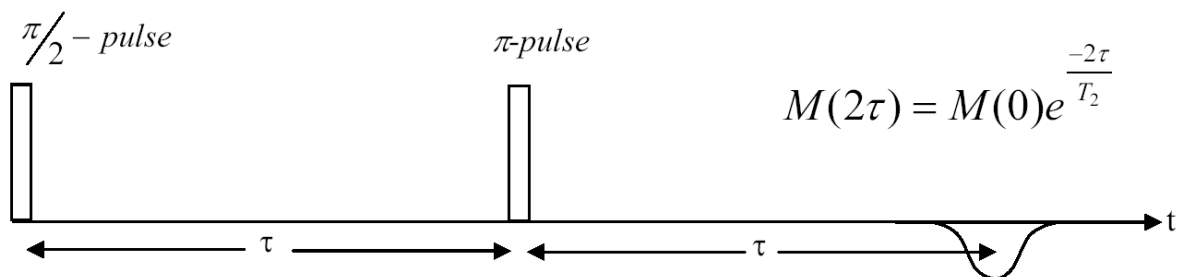


FT-NMR

Az NMR technikában a mért jelet az idő függvényében detektáljuk. Automatikusan adódik, hogy a detektált jel Fourier-transzformáltja (FT) az NMR jel *frekvencia spektrumát* adja. Példaként: amennyiben az FID egy exponenciális lecsengés, úgy ennek a FT-ja Lorentz függvény¹, ami a zérus frekvenciára van centrálva. Ez a fajta jelalak akkor fordul elő, amikor az NMR spektrométer munkafrekvenciája pontosan megegyezik a magspinek Larmor frekvenciájával ($\omega_L/2\pi$). Egyébként az FID úgy fog kinézni, mint a fenti ábrán mutatott: exponenciális burkolójú oszcilláció. Az oszcillációk frekvenciája az NMR munkafrekvencia és a Larmor frekvencia különbsége, $(\omega_L - \omega_{\text{NMR}})/2\pi$. Ennek a jelalaknak a FT-ja szintén Lorentz, centruma a $(\omega_L - \omega_{\text{NMR}})/2\pi$ frekvencia. Látható, hogy a Fourier transzformált spektrumok 0-ja mindig a magok Larmor frekvenciája. A gyakorlatban szokás az adott mag valamely standard vegyületében mérhető Larmor frekvenciát 0-nak tekinteni, és az ehhez képesti eltolódásokat ppm² egységekben mérni.

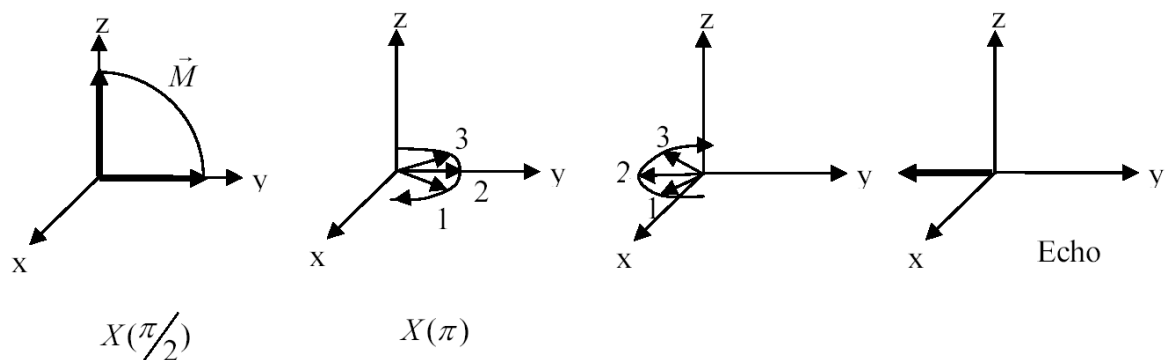
Spin-echo

Az FID-nél említett T_2^* relaxációs idejű dekoherencia és a berendezéseknél fellépő ún. holt-idő (*dead-time*) kiküszöbölésére találták ki a spin echo pulzusszekvenciát, ami egy 90° -os és egy τ időközesséssel alkalmazott 180° -os pulzusból áll. A 90° -kal elfordított spinek τ idő alatt valamekkora dekoherenciát szenvednek mivel azok a magok, amelyekre a lokális mágneses tér kicsit nagyobb, gyorsabban precesszálnak. Ezután egy 180° -os pulzussal megfordítjuk a spinek irányát, ami úgy hat mintha az időt fordítottuk volna meg: a leggyorsabban precesszáló spinek kerülnek leghátulra. Az egyes spinek továbbra is ugyanakkora körfrekvenciával precesszálnak mint a a dekoherencia alatt, csak most koherencia szempontjából éppen az ellenkező irányba halad a folyamat. Szimmetriai megfontolásból látható, hogy a 180° -os pulzus után éppen τ idővel, ismét egy irányba állnak a spinek és megjelenik a *spin-echo*-nak nevezett jel.



¹ Ezért is kitüntetett a Lorentz függvény hiszen a fizikai folyamatoknál gyakori az exponenciális lecsengés, és ilyenkor a frekvencia spektrum Lorentz alakú. Egy másik gyakori eset amikor a lecsengés Gauss függvény alakú, ennek FT-ja is Gauss függvény.

² Az eltolódás mértéke Hz-ben mérve elosztva a Larmor-frekvencia MHz-ben mért értékével.

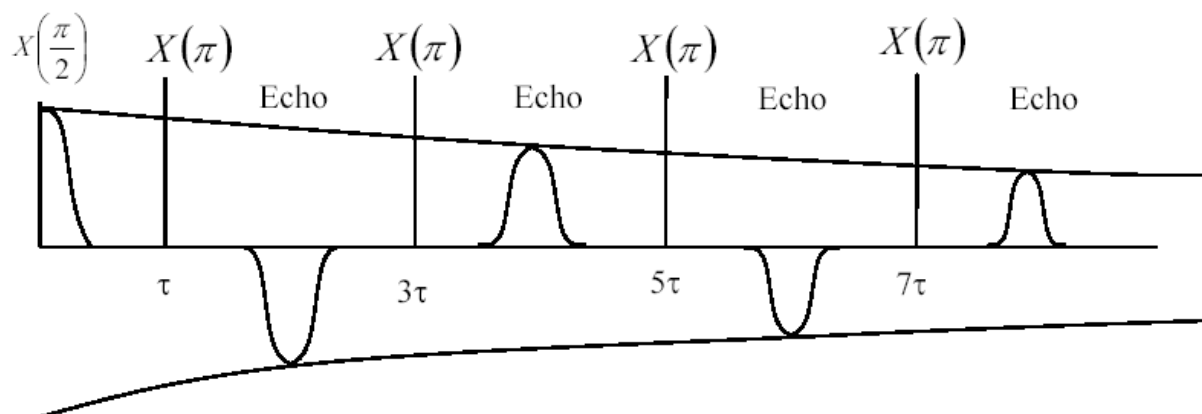


Spin 1: fast Spin 2: average Spin 3: slow

Ábra. A spin-echo sémája. Az x' irányú $\pi/2$ -es pulzust követően FID-t találunk y' irányban, ami T_2^* relaxációs idővel cseng le. Ezt τ idő elteltével követi a π -s pulzus, ami az idő irányát a spinekre megfordítja, így újabb τ idő elteltével a $-y'$ irányban spin-echo-t figyelünk meg.

A CP pulzus-sorozat

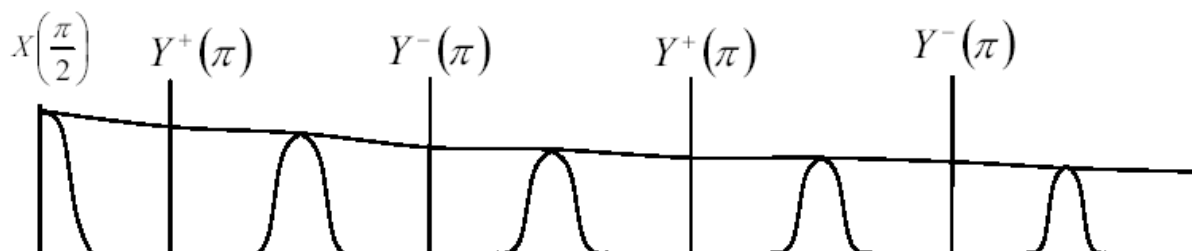
A Carr-Purcell (CP) pulzussorozat lényege, hogy a valódi T_2 relaxációs idő mérését lehetővé teszi. Láttuk, hogy az FID vagy a spin-echo burkolójának relaxációs ideje T_2^* , az ún. reverzibilis dekoherencia- vagy spin-spin relaxációs idő. Az elnevezés eredete, hogy a mintában lévő mágneses tér inhomogenitások okozta dekoherencia – amint azt a spin-echo technika is mutatja – visszafordítható, a koherencia helyreállítható. A valódi T_2 , ún. irreverzibilis dekoherencia- vagy spin-spin relaxációs idő elnevezésének eredete, hogy olyan fizikai folyamatok okozzák, melyek a termodinamika második főtétele értelmében valódi információvesztéssel járó dekoherenciát jelentenek. A T_2 -t okozó folyamatban egyébként az egymással kölcsönhatásban (leggyakrabban mágneses dipól-dipól kölcsönhatás) álló magspinek megkülönböztethetlensége áll. A CP pulzus-sorozatot lényege, hogy az első spin-echo-t követően további π -s pulzusokat alkalmazunk, ezért váltakozva y' és $-y'$ irányban kapunk további spin-echo-kat. Ezen spin-echo-k nagyságának burkolója a T_2 relaxációs idő.



Ábra. A CP pulzussorozat sémája. Az első spin-echo-t okozó X menti π -s pulzust továbbiak követik szintén az X irány mentén, ezért váltakozva kapunk spin-echo-kat a y' és $-y'$ irányok mentén, melyek nagysága a T_2 relaxációs idővel tűnik el.

A CPMG pulzus-sorozat

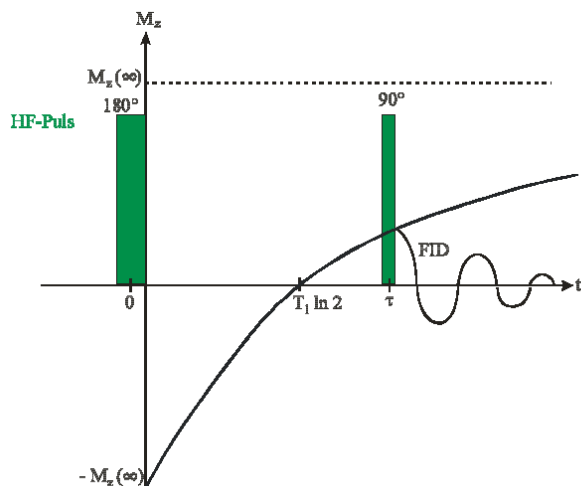
A CP pulzussorozat hátránya, hogy amennyiben a beállított π -s pulzushossz nem tökéletesen 180° , a fázishiba fel fog halmozódni, ami a mérést meghamisítja. Ezt küszöböli ki a CPMG (Carr-Purcell-Meiboom-Gill) pulzussorozat, melynek lényege, hogy az első, X -irány menti $\pi/2$ -es pulzust váltakozva az Y és $-Y$ irány menti π -s pulzusok követik. Belátható, hogy ekkor az ábrán mutatott módon a spin-echo-k mind az Y irány mentén keletkeznek és, hogy e módszer automatikus hibakorrigáló hatású.



Ábra. A CPMG pulzussorozat sémája. A forgó koordinátarendszerbeli X irány körüli 90° -os forgatással gerjesztünk, majd 2τ időközönként váltakozva az Y és $-Y$ tengelyek körüli 180° -os forgatásokkal visszaállítjuk a koherenciát. A spin-echo-k nagyságának burkolója itt is a T_2 relaxációs idővel tűnik el.

Inversion recovery

Az *inversion recovery* szekvencia a T_1 relaxációs idő mérésére szolgál. Ebben az esetben az előzőekkel ellentétben az első gerjesztő pulzus 180° -os, míg a kiolvasó pulzus 90° -os. A 90° -os pulzus után mért FID kezdő amplitúdója az ábrán látható módon változik a gerjesztő és a kiolvasó pulzus időbeli távolságának függvényében. Ha például azonnal alkalmaznánk a kiolvasó pulzust, akkor az összesen 270° -os elforgatásnak felelne meg és egy negatív FID-t kapnánk. Ehhez képest t idő elteltével a spinek z irányba relaxálnak, így az FID abszolút értéke egyre kisebb lesz. Amikor a relaxáció éppen a felénél tart, akkor nem kapunk jelet és ezután pozitív irányú spint fogunk leforgatni, amiből pozitív FID-t kapunk. Végtelen idő múlva a spinek visszaállnak az eredeti irányba és ismét maximális amplitúdójú, de ezúttal pozitív FID-t kapunk (a standard FID-t). A módszer kombinálható a hagyományos spin-echo-val, azaz a második, $\pi/2$ -es pulzus helyett egy $\pi/2$ - π pulzus-sorozatot is használhatunk. Az inversion-recovery módszernél fontos, hogy la. $10 \cdot T_1$ ideig várjunk két sorozat között.



Ábra. Az inversion recovery pulzus-sorozatsémája. A kezdeti π -es pulzust követően egy $\pi/2$ -es pulzussal olvassuk ki a spinek állapotét.

Phase cycling

Az NMR berendezésben meglévő áramkörök tökéletlenségeinek (ezek nevei magyarázat nélkül: holtidő, ringing, offszet problémák, erősítő és kvadratura asszimetria, stb.) kiküszöbölésére szolgáló módszer az ún. *phase cycling*. Egy egyszerű példában képzeljük el, hogy az NMR jelet digitalizáló áramkörünk olyan, hogy a pulzusok vétele után egy lassan lecsengő feszültség offszet komponenst tartalmaz. Ez a komponens a FT után a kapott jelet torzítja, hamis FT komponensekhez vezethet, stb. Azonban ezt a jelet kiküszöbölhetjük egy egyszerű FID esetén is, ha két FID-et veszünk fel, az elsónél a $\pi/2$ -es pulzus iránya X , a másodikonál $-X$, majd a két FID-et egymásból levonjuk. A használt Bruker berendezés pulzusainak nyelvén ez a következőképp íródik:

$$\phi_1 = 0 2$$

$$\phi_{31} = 0 2$$

Itt ϕ_1 az első pulzus, ϕ_{31} a vevő (receiver) fázisa, 0, 1, 2, 3 jelöli rendre az X , Y , $-X$, $-Y$ irányok menti pulzusokat. Itt tehát két darab FID-et veszünk fel, értelemszerűn ezt a mérést páros számú mintavételezésben kell elvégezni.

Egy másik példában spin-echo-t mérve az első pulzus utáni FID-et szeretnénk levonni, ennek a szintaxisa

$$\phi_1 = 0 2$$

$$\phi_2 = 0 1$$

$$\phi_{31} = 0 0$$

Itt ϕ_2 a π -s pulzus irányát jelöli. Ennek hátránya az, hogy bár a FID-et levonja, a π -s pulzust magát a berendezés megméri, ott gondok lehetnek a mért adatokkal. Ennek egy javított változata az amikor 4 pulzust használva mind a FID-et mind a 2. pulzust le tudjuk vonni, így a végeredmény csak a spin-echo-t tartalmazza:

$$\phi_1 = 0 0 0 0$$

$$\phi_2 = 0 2 1 3$$

$$\phi_{31} = 0 0 2 2$$

Belátható, hogy előnyös a fázisokat ciklikusan permutálva egy teljes sorozatot kimérni (innen a phase cycle elnevezés eredete), ami a legutolsó példára pl. így néz ki:

$$\phi_1 = 0 0 0 0 1 1 1 1 2 2 2 2 3 3 3 3$$

$$\phi_2 = 0 2 1 3 1 3 2 0 2 0 3 1 3 1 0 2$$

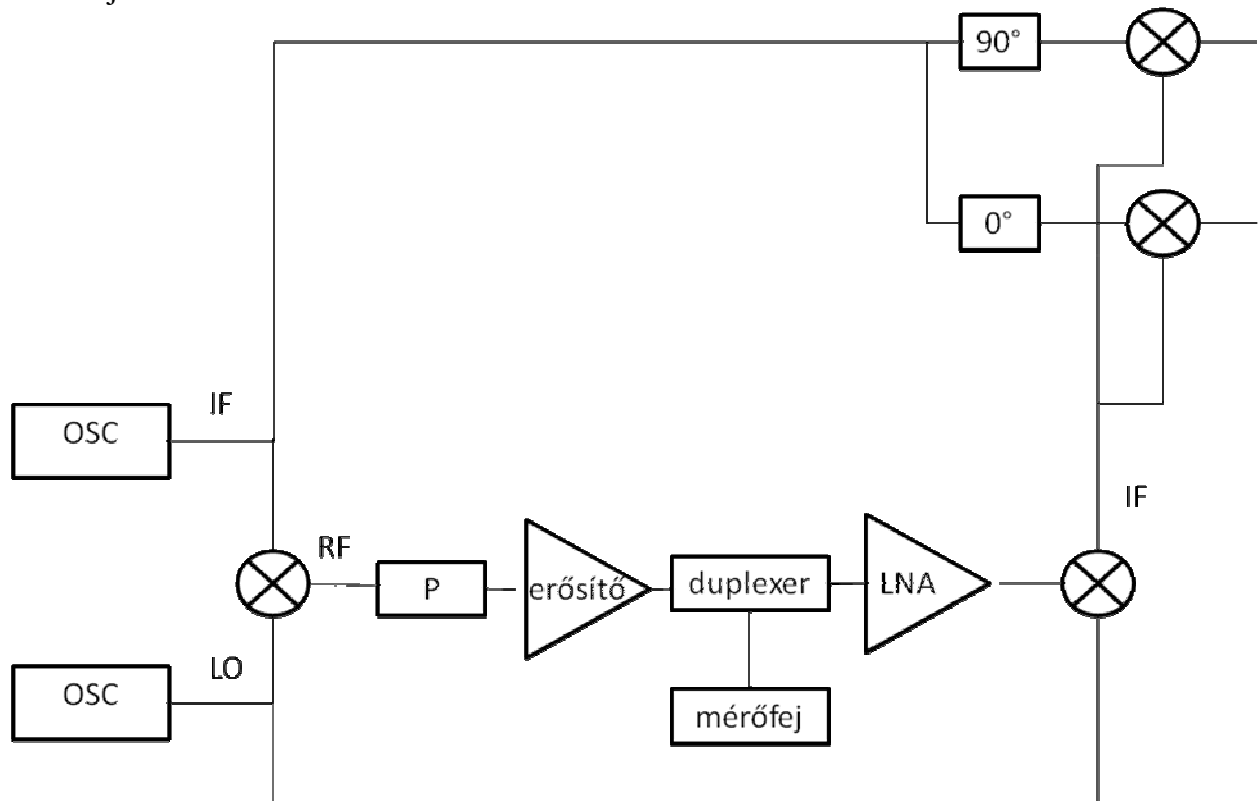
$$\phi_{31} = 0 0 2 2 1 1 3 3 2 2 0 0 3 3 1 1$$

III. A kísérleti eszközök

A heterodin detektálás alapjai

A modern hírközlés és az NMR spektroszkópia elengedhetetlen összetevője az ún. heterodin technika (http://en.wikipedia.org/wiki/Superheterodyne_receiver). Ennek lényege, hogy a detektált jelek frekvenciája az adó-vevőben a vivőhullám frekvenciájától függetlenül állandó. Képzeljük el, hogy a olyan radio adó-vevőt építenénk ami szélessávban, 10-300 MHz-es tartományban is működik. Ez azért nehéz feladat mert ekkora frekvenciatartományt nem lehet egyetlen jó minőségű eszközzel lefedni, minden szűkebb frekvenciasávra (pl. 10 MHz-enként) külön eszközre (erősítő, demodulátor stb.) lenne szükség. A heterodin vevőben ezt a feladatot úgy oldják meg, hogy az információt adott, szűk sávban mozgó frekvenciájú (*intermediate frequency, IF*) jelbe kódolják. Ezt a jelet egy nemlineáris elektronikai eszköz (leggyakrabban egy Schottky dióda), ún. mixer segítségével összekeverik egy szélessávban hangolható lokál-oszcillátor (*local oscillator, LO*) jelével. Emlékeztető: trigonometrikus függvények addíciós képleteiből belátható, hogy ilyenkor a mixer kimenetén megjelennek az $RF=LO+IF$ és $RF=LO-IF$ frekvenciák (ún. *radiofrequency, RF*), amit az adó kisugároz. A vevőben az adott frekvenciasávra ráállás a megfelelő LO frekvencia kiválasztását jelenti, amivel a vevő a bejövő RF jelet újra összekeveri és így a vevőben előáll az IF jel (megjelenik még pl. $2LO+IF$ is, de ezt kiszűrhető) amit detektálhatunk.

Az NMR spektrométer lényegében egy nagy érzékenységű adó-vevő (reálisabb hasonlat, hogy egy *radar*): kibocsájt egy nagyenergiájú impulzust, majd a minta kis energiás választ detektálja.



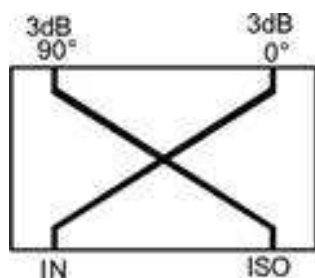
Az ábra a heterodin elven működő NMR berendezés blokkvázlatát mutatja. P: pulzusegenerátor, az RF jelet pulzusokkal modulálja, erősítő: teljesítményerősítő, tipikusan 100 W, LNA: kis-zajú előerősítő (*low noise amplifier*), a többi részegység a szövegben van bemutatva.

A berendezés működése kapcsán fontos még a fázis kérdését részletezni: a lokál oszcillátor órajele tekinthető 0 fázisú jelnek, ehhez képest adott fázisú a kiadott jel, ill. ehhez képest mérjük a detektált jelet is. Ennek megfelelően az X tengely körüli forgatás (a tengelyek neveit fentebb definiáltuk) felel meg annak ha a kiadott jelet az órajelhez képest nem toljuk el, az Y tengely a 90°-os eltolté, -X a 180°-os eltolté stb.

A kvadratúra detektálás

A fentiekben említett módon az NMR jel nem más mint egy kis amplitúdójú rádiófrekvenciás feszültség-impulzus, aminek a fázisa a meghajtó oszcillátorhoz képest el van tolva³. Az NMR jelet komplex vektorként felfogva látható, hogy a teljes NMR jelet akkor állíthatjuk elő, ha mérjük a meghajtó oszcillátorhoz képest fázisban és 90°-ban eltolt komponensek amplitúdóit is. E két jel szimultán mérését nevezzük kvadratúra detektálásnak és ezt technikailag az NMR blokk-diagrammon látható a 90 fokos fázistoló valósítja meg. A kvadratúrában mért két csatorna (CH_x és CH_y) jeléből tetszőleges φ fázisú jel kikeverhető a CH_x*cosφ+CH_y*sinφ kombinációkkal. A két csatorna jele egyébként egymástól nem független: a *Kramers-Kronig* transzformáció köti őket össze, ilyen értelemben a mért NMR jel redundáns, azonban technikai okok miatt mégis érdemes mindkettőt megmérni.

Az ábra mutatja a 90°-os fázistoló, más néven 90°-os hibrid *rf* áramkört (*90 degree rf hybrid*) szimbólikusan.



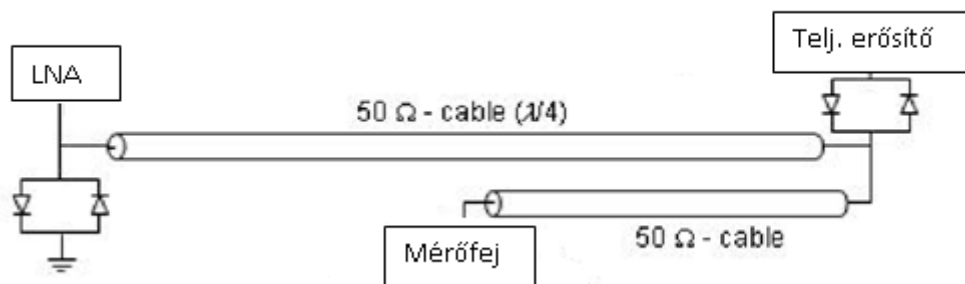
Ábra. A 90 fokos hibrid áramkör sematikája. Az áramkör kimenetén az IN és ISO input jelek teljesítményének a fele-fele jelenik meg egymásra szuperponálva úgy, hogy az egyik komponens fázisa 90°-kal el van tolva.

A duplexer

A duplexer feladata, hogy a minták besugárzásakor több 100 V-os feszültségimpulzusokat a teljesítményerősítóből a mintára küldjön, majd a minta néhány μV-os tekercsben indukált válaszát a kis-zajú előerősítőbe küldje. Ezt a következő ábrán mutatott két diódapárral és egy ún. λ/4-es kábelt alkalmazó duplexerrel érhetjük el⁴.

³ A fázis eltolásnak számtalan oka van: a teljes *rf* áramkör fázistolása, a kábelekben a véges jelterjedési sebességek és az *rf* eszközök mindegyikének van véges fázistolása.

⁴ λ az *rf* sugárzás hullámhossza a kábelben

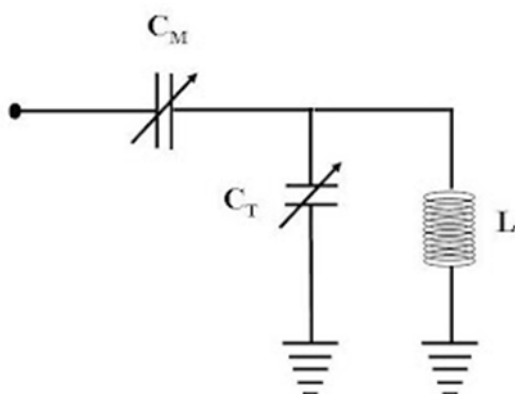


Az elrendezés lényege, hogy a teljesítmény erősítő utáni diódapár kinyit miközben a mérőfej besugárzása történik. Ugyanekkor a másik diódapár a föld felé van nyitva, ezért az LNA is földre kerül, tehát védett a nagyenergiájú impulzusokkal szemben. A $\lambda/4$ -es kábel analóg módon funkcionál mint az egyik végén nyitott síp, aminek $\lambda/4$ a hossza: a nyitott végénél maximális a hullám amplitúdója miközben a zárt végén ez 0. Esetünkben az LNA felel meg a zárt végnek, míg a mérőfejnél az rf amplitúdója maximális. Mindkét diódapár lezár amikor a magok a gyenge NMR jelét detektáljuk, ekkor a jel teljes egészében az LNA-ba jut.

A mérő áramkör

Mind az rf pulzus kiadásakor, mind a detektálandó NMR jel vételekor lényeges, hogy a jelek hatékonyan jussanak el a berendezésből a mérőfejbe és fordítva. Nagyfrekvenciás hálózatok elméletéből ismert, hogy adott hullámimpedanciájú vezetékben akkor terjed hatékonyan (reflexiók nélkül) az energia, amennyiben ezt a hullámimpedanciával megegyező nagyságú *valós impedancia* zárja le. A leggyakrabban használt BNC kábel 50Ω hullámimpedanciájú, ezért a mérőfejnek is ekkora valós impedanciát kell mutatnia. Belátható, hogy nem kedvező ezt rezisztív elemmel vagy egyetlen tekerccsel létrehozni, hanem egy *rf* rezgőkörrel amit a következő ábra mutat. A kapcsolásban feltüntetett kondenzátorok kapacitásainak állításával valósíthatjuk meg, hogy ez az áramkör valós 50Ω impedanciát mutasson.

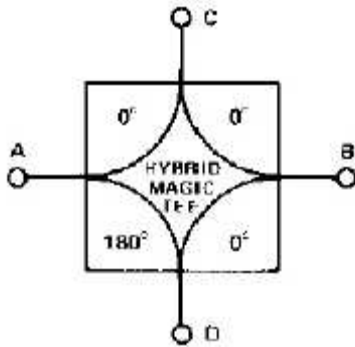
Az áramkör működése leegyszerűsítve úgy néz ki, hogy a C_T , azaz tuning kapacitás, segítségével állítjuk be azt a frekvenciát, amin mérni szeretnénk és a C_M , azaz matching kapacitás segítségével csökkentjük a reflexiót minimálisra. A valóságban a két paraméter egymástól nem független.



Ábra. Az NMR mérésben használt rezgőkör felépítése. A C_T az ún. hangoló (*tuning*) és C_M az illesztő (*matching*) trimmer kondenzátor.

A mérőfej 50 Ohmos illesztése

A feladat a fentiekben bemutatott *rf* áramkörben a C_T és C_M értékének megválasztása úgy, hogy a Larmor frekvencián $50\ \Omega$ legyen az áramkör eredő impedanciája. Ezt az ún. mágikus T (Magic Tee) vagy másnéven „ 180° -os *rf-hybrid*” áramkörrel tehetjük meg.



Ábra. A 180° -os *rf-hybrid* sematikája. Az eszköz az A porton bejövő jelet két részre osztja. C és D portokon azonos intenzitású, de ellentétes fázisú jelek keletkeznek. Az innen visszaverődött jelek összege a B porton jelenik meg.

Amennyiben a bemenet az A porton van, D porton a referencia $50\ \Omega$ -os lezárás, C porton a mérőfej, akkor a B porton a fejről reflektált jel jelenik meg kivonva az ideálisan visszavert jelből. Akkor van a fej $50\ \Omega$ -ra illesztve, amennyiben a visszavert jel közel 0.

IV. A mérés menete

Hangolás oszcilloszkóppal

A laborgyakorlat során az alábbi 30-120 MHz, széles sávon hangolható, egyszerű áramkörrel fogunk dolgozni. A minta fizikailag a tekercsben lesz elhelyezve és ennek segítségével fogjuk létrehozni a gerjesztő impulzusokat, valamint a detektálás is az ebben indukálódó feszültség mérésével történik.

A hangolás első körben egy oszcilloszkóp, egy jelgenerátor és egy Magic Tee segítségével történhet. A Magic Tee bemenetére adott frekvenciájú jelet adunk (nyilván a munkafrekvenciát), ezen kívül rákapcsoljuk az áramkörünket és egy $50\ \Omega$ -os lezárást (aminek az impedanciája éppen $50\ \Omega$). A kimeneten a két oldalról érkező jel különbsége fog megjelenni, ami nyilván akkor minimális, ha az áramkörünk impedanciája is éppen $50\ \Omega$. A kimenő jelet oszcilloszkópon vizsgálva a kapacitások állítgatásával megkereshetjük ezt a minimális amplitúdójú jelet. Lehetőség van egy Visual Basic környezetben megírt mérőprogram segítségével a frekvenciát léptetni és az oszcilloszkóppal a rezonancia görbét felvenni (*hameg_scope* parancs). Ugyanerre lehetőség van az NMR berendezéssel is.

A mérőprogram

A laborgyakorlat végén a hallgatók egy előre elkészített mérőfej segítségével a helyszínen található 300 MHz-es NMR készülékkel fognak különböző pulzusszekvenciákat kipróbálni. A számítógépes vezérlést és adatgyűjtést a TopSpin 1.3 nevű program teszi lehetővé. Számtalan funkciója közé tartozik, hogy beépített pulzusszekvenciái mellé programozható saját, illetve a szekvenciák forráskódja nyílt, tehát pontosan ismert, hogy mit és hogyan csinál a program. A szekvenciák része a pulzusok kiadása, illetve a válaszjel időfelbontott detektálása. A kapott jelet ezután formázni, Fourier-transzformálni és különböző,

spektroszkópiai szempontból hasznos, beépített funkciók segítségével elemezni lehet. A program parancssorból és menürendszer segítségével is kezelhető.

Berendezés elindítása: PC bekapcsolás, konzol bekapcsolás (főkapcs, kulcs+3 kapcsoló), topspin program elindítása, ii restart, kis kézi vezérlőn SWEEP lekapcsolása.

Alap parancsok a tipikus használat sorrendjében:

ii restart: inicializálja a rendszert (első futtatáskor hibákat jelez, leokézini, majd még egyszer lefuttatni)

wobb: A rendszer beépített refleksiós görbe felvételére alkalmas eljárás, mely folyamatosan frissített képet biztosít a görbéről és a keresett Larmor-frekvenciáról. Ennek segítségével hangolható be, illetve finomítható a hangolás a már bent lévő mérőfej esetében.

Új kísérlet létrehozása: bal felső sarok parancsikon

gs: Az éppen kiválasztott szekvencia folyamatos ismétlése átlagolás nélkül. Ez az átlagolás előtti mérés lehetővé teszi az optimális paraméterek beállítását.

zg: az aktuálisan beállított pulzussorozattal való mérés, adatok eltárolásával

ftf: A kapott időfelbontott jel Fourier-transzformálása a frekvenciatérbe.

apk: Automatikus fáziskorrekción a kapott Lorenz-görbére. Ez manuálisan is elvégezhető.

Legfontosabb paraméterek:

TD: Az időfelbontott mérés pontjainak száma.

NS: A szekvencia ismétlésének száma (célszerű 8-cal oszthatónak választani)

FW: Digitális zajszűrés frekvenciája.

SW: Spektrális szélesség (analóg szűrő sávszélessége)

RG: *Receiver gain* nagysága. Ez előzetesen az rga paranccsal beállítható.

D1-: pulzus delay

P1-2: pulzus hossz

Alapvető pulzussorozatok:

fid_fs: FID

echo: ECHO de csak a 2. felétől (gyári)

echo_mpfs: a teljes ECHO

cp_mp: a CP pulzussorozat

cpmg_mpfs: a CPMG pulzussorozat

t1_fs: T1 mérő pulzussorozat, Pi/2-Pi után várakozás, majd megint Pi/2-Pi

V. Felkészülési feladatok a laboratóriumi gyakorlatra

1. Készítsünk programot (Excel, Maple stb.), ami egy szolenoid tekercs méreteiből kiszámítja az önindukciós együtthatót.
2. Készítsünk hasonló programot ami bemenő paraméterként az R , L , C_1 , és C_2 paraméterekből meghatározza a rezgőkör frekvenciafüggő impedanciájának valós és képzetes részeit. Pl. $R=1 \Omega$, $L=1 \mu\text{H}$, $C_1=100 \text{ pF}$ és $C_2=10 \text{ pF}$ esetén keressük meg vizuálisan azt a frekvenciát ahol a rezgőkör impedanciája valós 50Ω .
3. A gyakorlat során vízben oldott ^{23}Na ionok NMR spektrumával foglalkozunk. Keressük ki a ^{23}Na giromágneses faktorát, γ , az irodalomból. Számítsuk ki, hogy 7 T mágneses térben mekkora a Larmor frekvencia, ω_L .
4. A 2. pontbeli programot bővítsük azzal a funkcióval, hogy meghatározza C_1 és C_2 értékét amennyiben L értékét az $L^* \omega_L = 50 \Omega$ definiálja és $R=1 \Omega$.
5. Számítsuk ki, hogy a tekercsen mekkora ez esetben az egész áramkör bemenetén mért kapocsfeszültséghez képesti feszültségerosítés és mekkora a fázistolása.

VI. Labor feladatok

1. Beszámoló a mérési leírásból és a felkészülési feladatokból.
2. Tervezzünk meg és gyártsunk le egy tekercset a megadott rézdrótból aminek belső átmérője 5 mm, hossza nem több mint 3 cm és a Larmor frekvencián mért impedanciája 50Ω körüli. Mérjük is meg LCR mérővel, hogy mekkora az önindukciós együtthatója.
3. A felkészülési feladat segítségével számítsuk ki, hogy mekkora C_1 és C_2 értékek mellett lesz ezzel a tekercssel a rezgőkörünk rezonancia frekvenciája azonos a Larmor frekvenciával.
4. A próbaáramkörön állítsuk össze a leírásban szereplő rezgőkört, forrasztás és csavarozás segítségével.
5. A *Hybrid Tee* segítségével keressük meg első lépésként a mérőfejről a legkisebb reflexióhoz tarozó frekvenciát. A C_1 (*tuning*) és C_2 (*matching*) kondenzátorok állításával hangoljuk be a rezgőkörünket 50Ω -os impedanciára a Larmor frekvencián.
6. A rezgőkör Smith chartját is vegyük fel és értelmezzük azt két esetben, egyszer amikor a rezgőkör optimális illetve amikor szándékosan elhangoljuk a Larmor frekvenciáról.
7. A mintát helyezük be a tekercsbe, majd az egész mérőfejet és kössük össze az NMR berendezéssel. Azonosítsuk a berendezés főbb részeit és ismerkedjünk meg az *Topspin* mérőprogram alapjaival.
8. A mérőprogrammal is vegyük fel a rezgőkör reflexióját (*wobb* parancs), ellenőrizzük, hogy ez valóban a Larmor frekvenciánál minimális, ha szükséges, hangoljuk finoman újra a mérőfejet.
9. Egy pulzussal próbáljunk meg FID-t megfigyelni (*fid_fs*). Az FID Fourier transzformáltja segítségével határozzuk meg a pontos Larmor frekvenciát.
10. Ezt követően hozzunk létre spin-echo-t (először a gyári, *echo*, majd módosított *echo_mpfs*), majd a pulzushosszakat optimáljuk. Számítsuk ki, hogy a kimenő teljesítmény mekkora B_1 teret hoz létre a tekercsben és, hogy ez konzisztens-e a $\gamma^* B_1 * t = \pi/2$ -vel!
11. Hozzuk létre a Carr-Purcell pulzussorozatot és a Carr-Purcell-Meiboom-Gill pulzussorozatot (*cp_mp*, *cpmg_mpfs*). A kapott eredményekből határozzuk meg a T_2 , spin-spin relaxációs időt.

12. Hozzunk létre pulzus-szekvenciát a T_1 , spin-rács relaxációs idő mérésére és mérjük is meg a T_1 -et ($t1_fs$). A két relaxációs időt vessük össze irodalmi adatokkal!

Baleseti és biztonsági ismeretek

Az NMR mágnes nagy belső mágneses tere (a Föld mágneses terének mintegy 20.000 szerese) kismértékben ugyan de kiszóródik a labor környezetébe, ezért nagyon fontos, hogy mágneses eszközöket (szerszámok, szék, csavarok stb.) ne vigyünk a mágnes közelébe. Az alapvető laboreszközeink alapvetően nem mágnesesek. Hasonlóan a mágnességre érzékeny eszközöket (bankkártya, mechanikus karórák) la. 2 méterre kell tartani a mágnesről. **Szívrítmus szabályzó használata esetén a laborgyakorlaton részt venni tilos.** A hallgatóktól elvárt a laborbeli eszközök gondos kezelése. Mivel a gyakorlat célja, hogy egy kutatási célú berendezést valóban közel hozzunk a hallgatókhoz, ezért drága és érzékeny berendezéseket kell kezelniük. Ezek közül is a legfontosabb az ún. trimmer kondenzátor, melyeknek törékeny üveghéja van, és nagyon drága. A bizonyíthatóan gondatlan magatartásból származó károkozás fegyelmi eljárást vonhat maga után, ebbe nem tartozik bele természetesen az, ha valami elromlik a laborban, ez elkerülhetetlenül előfordul.

Ajánlott irodalom

1. C. P. Slichter: Principles of Magnetic Resonance, 3rd Enlarged and Updated Edition, (Springer-Verlag, Berlin, 1992), elektronikusán is elérhető.
2. http://en.wikipedia.org/wiki/Nuclear_magnetic_resonance