

Πυρηνικός μαγνητικός συντονισμός

1. Σκοπός της άσκησης

Σκοπός της άσκησης είναι η μελέτη του φαινομένου του Πυρηνικού Μαγνητικού Συντονισμού (Nuclear Magnetic Resonance, NMR). Θα γίνει χρήση πειραματικού φασματογράφου για τη μελέτη των βασικών φαινομένων NMR, θα μετρηθούν οι χρόνοι διαμήκους και εγκάρσιας χαλάρωσης και θα πραγματοποιηθεί απεικόνιση των υπό εξέταση δειγμάτων.

2. Αρχές πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού

Η απεικόνιση με την τεχνική του ΠΜΣ βασίζεται στην επιλεκτική διέγερση των μαγνητικών διπόλων του πυρήνα των ατόμων που απαρτίζουν το εξεταζόμενο βιολογικό υλικό. Οι πυρήνες που διεγείρονται επανεκπέμπουν ένα σήμα ραδιοσυχνότητας, το οποίο καταγράφεται με τη βοήθεια ενός δέκτη. Η επιλεκτικότητα στη διέγερση επιτυγχάνεται με τη χρήση στατικών μαγνητικών πεδίων, των οποίων η ένταση και η φορά μεταβάλλεται εξωτερικά. Η διέγερση των πυρήνων γίνεται μ' έναν πομπό ραδιοσυχνότητας. Ανάλογα με την πυκνότητα των πυρήνων προκύπτει αυξομείωση στην ένταση των σημάτων που λαμβάνονται από τον δέκτη. Με τη σάρωση της περιοχής συντονισμού στον τρισδιάστατο χώρο και την καταγραφή της έντασης του λαμβανόμενου σήματος έχουμε την απεικόνιση της πυκνότητας των πυρήνων ή ακόμα και άλλων παραμέτρων που σχετίζονται με τη διέγερση των πυρήνων.

Τα βασικά στοιχεία ενός συστήματος ΠΜΣ είναι τα εξής:

1. Ένας ηλεκτρομαγνήτης, που παράγει μαγνητοστατικό πεδίο, μαγνητικής επαγωγής 0.5-4 *Tesla*.
2. Ένα σύστημα τριών πηγών που παράγουν στο χώρο του μαγνητοστατικού πεδίου ένα μαγνητικό πεδίο το οποίο ονομάζεται πεδίο κλίσης. Το πεδίο αυτό έχει μόνο μια συνιστώσα που είναι παράλληλη με το στατικό πεδίο, ενώ η έντασή της μεταβάλλεται γραμμικά ως προς τις χωρικές συντεταγμένες.
3. Ένα πηνίο εκπομπής παλμών ραδιοσυχνοτήτων.
4. Ένα πηνίο (βροχοκεραία) λήψης των σημάτων που εκπέμπονται από τους συντονισμένους πυρήνες του εξεταζόμενου βιολογικού υλικού.
5. Ένα σύστημα ανίχνευσης, το οποίο παράγει το σήμα εξόδου του συστήματος ΠΜΣ.
6. Ένα σύστημα απεικόνισης, που περιλαμβάνει τον υπολογιστή στον οποίο γίνεται η ανακατασκευή και η παρουσίαση των εικόνων.

Έστω \mathbf{m}_p η μαγνητική διπολική ροπή ενός πρωτονίου. Υπό την επίδραση εξωτερικού στατικού μαγνητικού πεδίου \mathbf{B}_0 (που ορίζει την κατεύθυνση z) ασκείται στη μαγνητική διπολική ροπή μηχανική ροπή, η οποία έχει αποτέλεσμα τη μεταπτωτική κίνηση (precession) της \mathbf{m}_p περί το \mathbf{B}_0 με γωνιακή ταχύτητα που δίνεται από την εξίσωση Larmor

$$\omega_0 = -\gamma \mathbf{B}_0$$

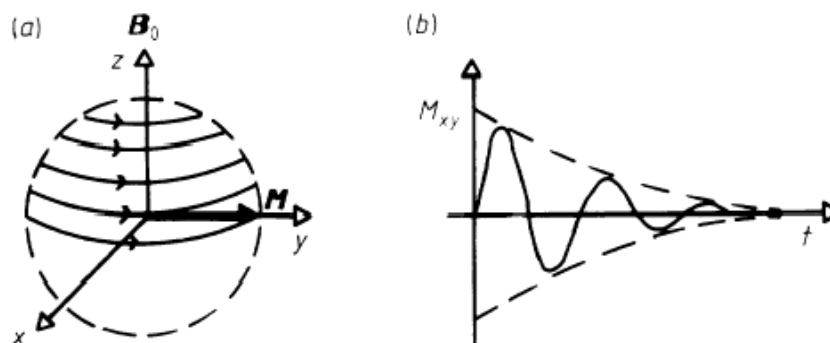
όπου γ ο γυρομαγνητικός λόγος του πυρήνα. Για το υδρογόνο $\gamma(\text{H}) = 42.6 \text{ MHz/T}$.

Σε ένα δείγμα που περιλαμβάνει πολλούς πυρήνες, η καθαρή μαγνητική ροπή \mathbf{M} προκύπτει από το διανυσματικό άθροισμα όλων των πυρηνικών μαγνητικών ροπών και ευθυγραμμίζεται με το \mathbf{B}_0 . Για να προκύψει μετρήσιμο σήμα, η \mathbf{M} θα πρέπει να εκτραπεί από την κατεύθυνση z στο xy επίπεδο. Αυτό επιτυγχάνεται με την εφαρμογή εναλλασσόμενου μαγνητικού πεδίου \mathbf{B}_1 με κατεύθυνση στο xy επίπεδο και συχνότητα Larmor ω_0 . Η γωνία εκτροπής α εξαρτάται από την ενέργεια του εφαρμοζόμενου παλμού και δίνεται από τη σχέση:

$$\alpha = \gamma \int_0^{\tau} B_1(t) dt$$

Ειδικά για τετραγωνικό παλμό διάρκειας τ ισχύει $\alpha = \omega_1 \tau$.

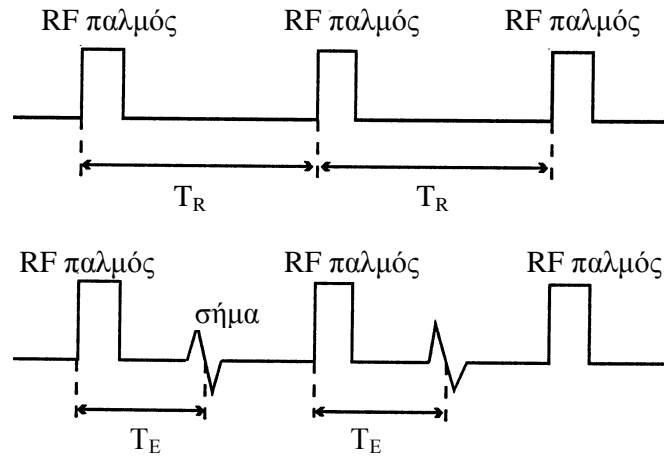
Ένας παλμός RF 90° εκτρέπει τη \mathbf{M} κατά 90° στο xy επίπεδο, ενώ κατά την επιστροφή της στην αρχική κατάσταση προκύπτει το σήμα εξασθένησης ελεύθερης επαγωγής (Free Induction Decay, FID) (Σχήμα 1).



Σχήμα 1: α) Η κίνηση της \mathbf{M} εξαιτίας της εφαρμογής παλμού RF 90° και β) η προκύπτουσα FID που μπορεί να μετρηθεί από τη xy συνιστώσα της μαγνήτισης.

2.1 Παλμοσειρές πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού

Τα πεδία RF, που έχουν ως στόχο τη διέγερση των πυρήνων, εκπέμπονται με τη μορφή παλμών. Ορίζονται οι ακόλουθες παράμετροι χρονισμού των παλμών (Σχήμα 2):



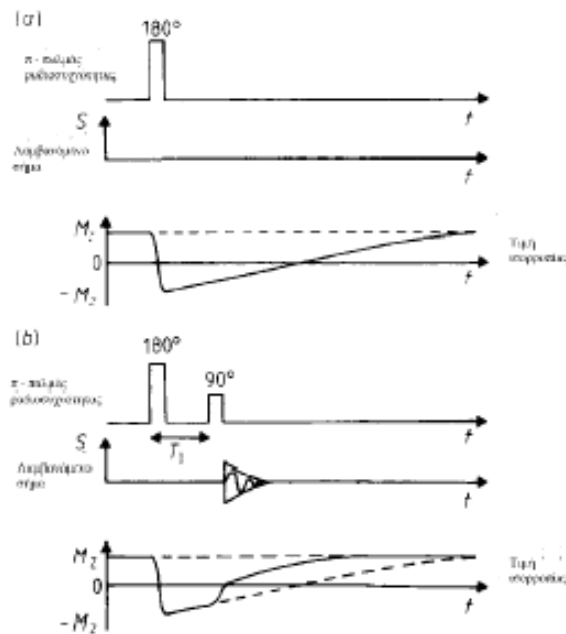
Σχήμα 2: Παράμετροι χρονισμού παλμών

- Χρόνος επανάληψης T_R είναι ο χρόνος που μεσολαβεί μεταξύ δύο διαδοχικών RF παλμών (ms).
- Χρόνος ηχούς T_E είναι το χρονικό διάστημα από την εφαρμογή του RF παλμού μέχρι το επόμενο σήμα στο πηνίο λήψης να λάβει την τιμή κορυφής.

Μερικές από τις σημαντικές παλμοσειρές για την απεικόνιση και φασματοσκοπία πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού είναι οι ακόλουθες:

- **Ακολουθία αποκατάστασης αναστροφής (Inversion Recovery, IR)**

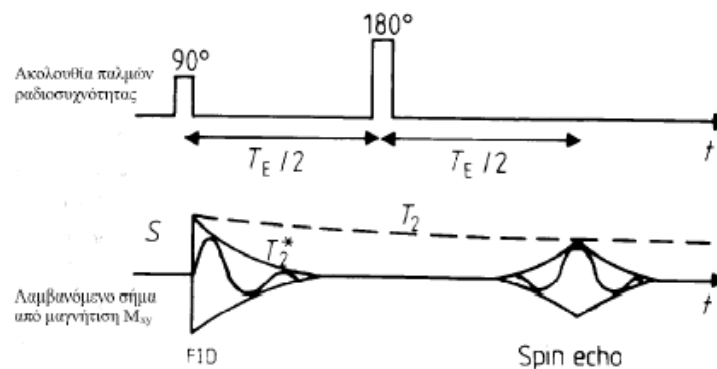
Στην ακολουθία αυτή εφαρμόζεται αρχικά ένας παλμός RF 180° , που έχει σαν συνέπεια την αναστροφή της μαγνήτισης, που γίνεται έτσι παράλληλη προς τον αρνητικό ημιάξονα z . Η διαδικασία αυτή φαίνεται στο Σχήμα 3. Αν εφαρμοστεί ιδανικός 180° παλμός δεν θα υπάρχει xy συνιστώσα της \mathbf{M} . Η ανεστραμμένη μαγνήτιση μπορεί να παρατηρηθεί εφαρμόζοντας μετά τον παλμό αναστροφής, έναν 90° παλμό με χρονική καθυστέρηση T_I (χρόνος αναστροφής). Κατά την επιστροφή στην κατάσταση ισορροπίας, η μαγνήτιση θα περάσει από το μηδέν θα συνεχίσει μέχρι να γίνει ίση με την αρχική της τιμή. Γι' αυτό χρειάζεται περισσότερος χρόνος για να αποκατασταθεί η κατάσταση ισορροπίας και απαιτείται μεγαλύτερος χρόνος επανάληψης T_R μεταξύ των ακολουθιών.



Σχήμα 3: (α) Μετά την εφαρμογή ενός 180° παλμού ραδιοσυχνότητας σε μια ακολουθία αποκατάστασης αναστροφής, η z συνιστώσα της μαγνήτισης αναστρέφεται και στη συνέχεια επιστρέφει στην τιμή ισορροπίας της. (β) Εφαρμόζοντας έναν 90° παλμό ραδιοσυχνότητας, η τιμή της M_z τη χρονική στιγμή T_1 μπορεί να μετρηθεί σε μια ακολουθία αποκατάστασης κορεσμού.

• Ακολουθία spin-echo (SE)

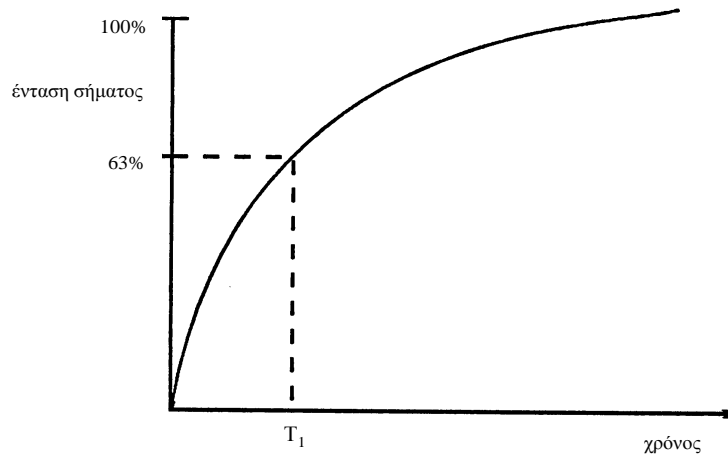
Αυτή η ακολουθία φαίνεται στο Σχήμα 4. Αρχικά ένας 90° παλμός εκτρέπει τη μαγνήτιση στο xy επίπεδο. Μετά από διάστημα $T_E/2$ εφαρμόζεται ένας 180° παλμός που επανεστιάζει τη xy μαγνήτιση, παράγοντας μια ηχώ (echo) κατά τη χρονική στιγμή T_E μετά τον 90° παλμό. Ο χρόνος T_E (Echo Time) είναι ο χρόνος που μεσολαβεί από την εφαρμογή του παλμού ραδιοσυχνότητας μέχρι την κορυφή του σήματος που επάγεται στο πηνίο λήψης και καθορίζει το ποσό της εξασθένησης της εγκάρσιας μαγνήτισης που επιτρέπεται πριν την ανάγνωση του σήματος.



Σχήμα 4: Σε μια ακολουθία spin-echo ένας παλμός 90° εκτρέπει την M_z στο επίπεδο xy . Μετά την απώλεια της συνάφειας φάσης η μαγνήτιση επανεστιάζεται με έναν 180° παλμό παράγοντας μια ηχώ του σήματος.

2.2 Διαμήκης χαλάρωση T_1

Ο χρόνος διαμήκους χαλάρωσης T_1 (Σχήμα 5) καθορίζει τον ρυθμό με τον οποίο επανέρχεται στην αρχική της κατάσταση η διαμήκης συνιστώσα της μαγνήτισης, μετά την εφαρμογή του παλμού 90° . Καλείται επίσης και χρόνος χαλάρωσης spin-lattice, γιατί αναφέρεται στη μεταφορά ενέργειας από το σύστημα των spins στο πλέγμα κατά την αποκατάσταση της ισορροπίας.



Σχήμα 5: Χαλάρωση T_1

Για τη μέτρηση του χρόνου T_1 μπορεί να χρησιμοποιηθεί η ακολουθία αποκατάστασης αναστροφής. Σ' αυτή την περίπτωση, το σήμα περιγράφεται από τη σχέση:

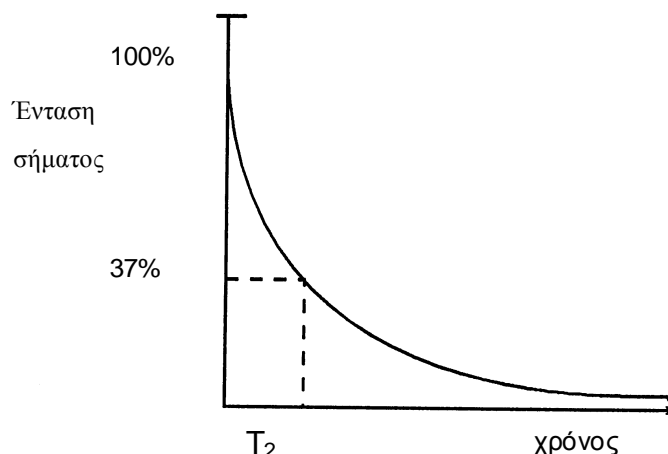
$$S(T_D) = S(0) [1 - 2\exp(-T_D / T_1)]$$

Αν η ακολουθία επαναλαμβάνεται για μεταβαλλόμενο T_D (T_D είναι ο χρόνος μεταξύ των παλμών 180° και 90°), ο χρόνος χαλάρωσης T_1 μπορεί να προκύψει από το διάγραμμα της καμπύλης $\ln [S(0)-S(T_D)]$ ως προς το T_D .

Μια γρηγορότερη αλλά λιγότερο ακριβής μέθοδος είναι να χρησιμοποιηθεί η τιμή του T_D για την οποία $S(T_D) = 0$, οπότε $T_1 = T_D / \ln 2$.

2.3 Εγκάρσια χαλάρωση T_2

Ο χρόνος χαλάρωσης T_2 σχετίζεται με την απώλεια της μαγνήτισης στο xy επίπεδο. Η απώλεια αυτή οφείλεται τόσο στην απώλεια συνάφειας φάσης στο επίπεδο xy , όσο και στη διαμήκη χαλάρωση που προκαλεί μια επιπλέον εξασθένηση του σήματος. Γενικά σε δείγματα ιστών η χαλάρωση T_2 είναι πολύ πιο σύντομη από την T_1 .

Σχήμα 6: Χαλάρωση T_2

Για τη μέτρηση του χρόνου T_2 μπορεί να χρησιμοποιηθεί η ακολουθία spin-echo. Σ' αυτή την περίπτωση, το σήμα περιγράφεται από τη σχέση:

$$S(T_D) = S(0) \exp(-2T_D / T_2)$$

όπου T_D ο χρόνος μεταξύ των παλμών 90° και 180° . Αν, όπως και προηγουμένως, η ακολουθία επαναλαμβάνεται για μεταβαλλόμενο T_D , ο χρόνος χαλάρωσης T_2 μπορεί να προκύψει από το διάγραμμα της καμπύλης $\ln [S(0)/S(T_D)]$ ως προς το T_D .

3. Περιγραφή φασματογράφου πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού

Στο πλαίσιο της εργαστηριακής άσκησης θα χρησιμοποιηθεί η συσκευή NMR Spectrometer/Imager MS4 του Ινστιτούτου Jozef Stefan. Η συσκευή αυτή παρέχει τη δυνατότητα επίδειξης όλων των βασικών φαινομένων NMR, όπως:

- εξασθένηση ελεύθερης επαγωγής (Free Induction Decay, FID)
- spin-echo
- χαλάρωση spin-spin και spin-lattice

Ο φασματογράφος MS4 λειτουργεί σε συχνότητα 9 MHz. Περιέχει έναν μόνιμο μαγνήτη, πηνία κλίσεως πεδίου και προγραμματιστή παλμών. Οι προδιαγραφές του είναι οι ακόλουθες:

- Συχνότητα: 9 MHz
- Μαγνητικό πεδίο: 0.21 T
- Ομογένεια μαγνητικού πεδίου: 10^{-6} T/cm
- Κλίση z συνιστώσας του μαγνητικού πεδίου: 0 έως 2×10^{-4} T/cm
- Διαστάσεις δείγματος: εξωτερική διάμετρος 8mm, μήκος 10mm
- Ακολουθίες παλμών: 90° (free precession)
 90° - T_D - 180° (spin echo)
 180° - T_D - 90° (inversion recovery)
- Κανάλια φάσης RF: 0° και 90° μετατόπιση φάσης σε σχέση με το σήμα αναφοράς

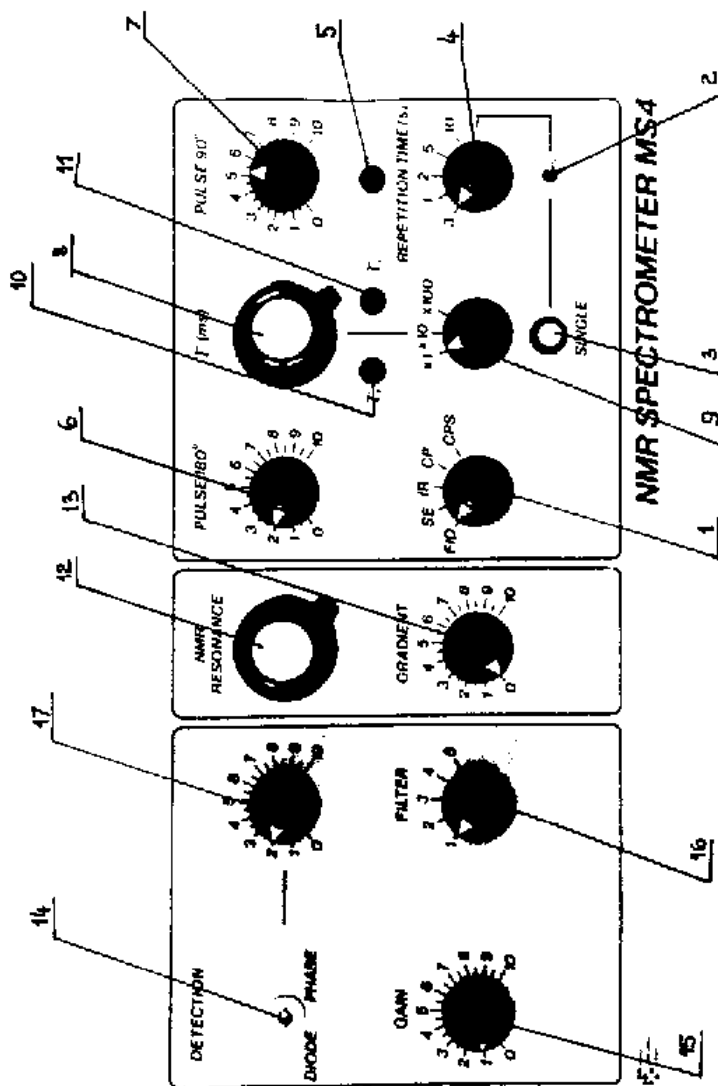
- Ισχύς πομπού RF: ο παλμός 90° έχει ένταση περίπου 10^{-3} T
- Ανίχνευση φάσης και διόδου
- Σηματοθρομβικός λόγος: 100
- Μεταβολή κέρδους

Η συσκευή NMR Spectrometer MS4 αποτελείται από τις εξής μονάδες:

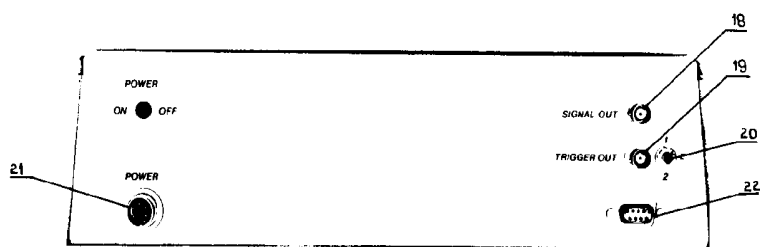
- προγραμματιστής παλμών
- πηγή συχνότητας
- διαμορφωτής παλμών RF
- πομπός
- αισθητήρας NMR
- δέκτης και ανιχνευτής NMR
- μόνιμος μαγνήτης
- τροφοδοσία ρεύματος

Η μεταβολή των απαραίτητων παραμέτρων για την εκτέλεση των πειραμάτων NMR μπορεί να γίνει από τον χρήστη, μέσω του πρόσθιου και οπίσθιου χειριστηρίου (Σχήματα 7,8). Προκειμένου να διευκολυνθεί ακόμα περισσότερο ο χρήστης, οι βασικοί χειρισμοί του πρόσθιου χειριστηρίου έχουν ταξινομηθεί σε τρεις ομάδες:

- έλεγχος προγραμματιστή παλμών (διακόπτες #1 - #11)
- έλεγχος μαγνήτη (διακόπτες #12, #13)
- έλεγχος δέκτη RF (διακόπτες #14 - #17)



Σχήμα 7: Πρόσθιο χειριστήριο



Σχήμα 8: Οπίσθιο χειριστήριο

4. Μονάδες φασματογράφου πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού

Ο τρόπος ρύθμισης των διαφόρων παραμέτρων των μονάδων του φασματογράφου (Σχήματα 7,8) περιγράφεται στη συνέχεια.

4.1 Προγραμματιστής παλμών

Ο ενσωματωμένος προγραμματιστής παλμών επιτρέπει την επιλογή μεταξύ των παρακάτω πέντε καταστάσεων λειτουργίας:

- ελεύθερη μετάπτωση (free precession, FID)
- αποκατάσταση αναστροφής (inversion recovery, IR)
- spin-echo (SE)
- Carr-Purcell (CP)
- gated Carr-Purcell (CPS)

Οι διαφορετικές αυτές καταστάσεις μπορούν να επιλεγούν μέσω του διακόπτη #1 (Σχήμα 7). Σε καθεμιά από τις καταστάσεις, ο φασματογράφος είτε επαναλαμβάνει αυτόματα το επιλεγμένο πρόγραμμα παλμών, με ρυθμό επανάληψης που καθορίζεται με τη βοήθεια του διακόπτη #4, ή εκτελεί το πείραμα μόνο μία φορά, εφόσον προηγουμένως έχει ενεργοποιηθεί χειροκίνητα το κουμπί #3. Η επιλογή της χειροκίνητης ή της επαναληπτικής διαδικασίας γίνεται με το διακόπτη #2, ενώ κάθε φορά που εκτελείται το πείραμα, ο φωτεινός ενδείκτης LED #5 αναβοσβήνει.

Η διάρκεια των παλμών RF σε καθεμιά από τις παραπάνω πέντε καταστάσεις καθορίζεται από τα ποτενσιόμετρα #7 και #6 για τους παλμούς 90° και 180° αντίστοιχα. Το διάστημα μεταξύ των δυο παλμών ρυθμίζεται με τη βοήθεια του διακόπτη #8 (από 1 μέχρι 50 ms), ενώ ο διακόπτης #9 χρησιμεύει για τον πολλαπλασιασμό του διαστήματος αυτού με τον παράγοντα 1, 10 ή 100.

4.2 Πηγή συχνότητας

Η συσκευή λειτουργεί σε συχνότητα 9 MHz, με δυνατότητα μικρών μεταβολών (± 60 KHz). Η μεταβολή αυτή είναι απαραίτητη για τη ρύθμιση του φασματογράφου στη συχνότητα Larmor, η οποία καθορίζεται από την τιμή του μαγνητικού πεδίου του μόνιμου μαγνήτη, που είναι ενσωματωμένος στον MS4. Η ακριβής ρύθμιση της συχνότητας του φασματογράφου πραγματοποιείται με τον διακόπτη #12 στο πρόσθιο χειριστήριο.

4.3 Διαμορφωτής και πομπός RF

Οι παλμοί RF που ακτινοβολούν τους πυρήνες στο πείραμα NMR παράγονται στη μονάδα του διαμορφωτή RF. Το ίδιο κύκλωμα χρησιμοποιείται για την παραγωγή δύο καναλιών με φασική διαφορά 90° .

4.4 Δέκτης NMR

Το μεταβλητό κέρδος RF του δέκτη επιτρέπει την προσαρμογή του φασματογράφου σε ένα αρκετά ευρύ φάσμα μετρούμενων δειγμάτων. Το κέρδος αυτό μεταβάλλεται με τη βοήθεια του διακόπτη #15 στο πρόσθιο χειριστήριο του MS4.

Ανάλογα με τον τύπο του πειράματος, ο χρήστης μπορεί να επιλέξει ανίχνευση διόδου (diode detection) ή ανίχνευση φάσης (phase detection), με τη βοήθεια του διακόπτη #14. Στην περίπτωση που χρησιμοποιείται ανίχνευση φάσης, μπορεί να γίνει επιλογή της φάσης αναφοράς (reference phase) του ανιχνευτή με χρήση του διακόπτη #17.

Το ανιχνευόμενο σήμα περνά στη συνέχεια από το βαθυπερατό φίλτρο του ενισχυτή εξόδου, προκειμένου να βελτιωθεί ο σηματοθορυβικός λόγος. Με χρήση του διακόπτη #16 ρυθμίζεται το εύρος ζώνης του ενισχυτή εξόδου. Το τελικό NMR σήμα είναι διαθέσιμο στην έξοδο #18 του οπίσθιου χειριστηρίου.

4.5 Μόνιμος μαγνήτης

Το στατικό μαγνητικό πεδίο για την εκτέλεση των πειραμάτων NMR παρέχεται από μόνιμο μαγνήτη, ο οποίος είναι ενσωματωμένος στον φασματογράφο MS4. Ο μαγνήτης αποτελείται από δυο παράλληλα προσανατολισμένα μόνιμα μαγνητικά δίπολα AlNiCo τα οποία παράγουν μαγνητικό πεδίο εξαιρετικής ομοιογένειας.

Αξίζει να σημειωθεί, ότι ο μόνιμος μαγνήτης είναι εξαιρετικά ευαίσθητος στην παρουσία φερρομαγνητικών υλικών, τα οποία μπορεί να προκαλέσουν σημαντική αλλαγή της αρχικής τιμής του μαγνητικού πεδίου. Γι' αυτό οποιοδήποτε πείραμα θα πρέπει να εκτελείται πάνω σε ξύλινο τραπέζι, χωρίς φερρομαγνητικά υλικά στη γύρω περιοχή. Οι ίδιες προφυλάξεις ισχύουν και για οποιαδήποτε ηλεκτρικά καλώδια τα οποία άγουν ηλεκτρικό ρεύμα. Ο χρήστης θα πρέπει να οργανώνει το πείραμα, έτσι ώστε τα καλώδια γραμμής τάσης να είναι όσο το δυνατό πιο μακριά από τον φασματογράφο MS4.

Τέλος, προκειμένου να εκτελεστεί το πείραμα NMR, ο μαγνήτης φέρει ενσωματωμένο σύστημα πηνίου κλίσης (gradient coil system), το οποίο παράγει γραμμική κλίση κατά τον άξονα z του στατικού μαγνητικού πεδίου. Η τιμή αυτής της κλίσεως μεταβάλλεται από 0 έως 2×10^{-4} T/cm με τη βοήθεια του διακόπτη #13.

Στον Πίνακα 1 παρατίθενται συγκεντρωτικά οι λειτουργίες κάθε διακόπτη για το πρόσθιο (Σχήμα 7) και το οπίσθιο (Σχήμα 8) χειριστήριο:

Πίνακας 1: Οι λειτουργίες του πρόσθιου και του οπίσθιου χειριστηρίου

Πρόσθιο Χειριστήριο	
Αριθμός διακόπτη	Λειτουργία
1	Επιλογή κατάστασης λειτουργίας
2	Επιλογή απλής/επαναληπτικής λειτουργίας
3	Επιλογή χειροκίνητης λειτουργίας
4	Επιλογή χρόνου επανάληψης
5	Φωτεινός ενδείκτης συγχρονισμού
6	Ρύθμιση παλμού 90°
7	Ρύθμιση παλμού 180°
8	Ρύθμιση καθυστέρησης παλμού 90° , 180°
9	Πολλαπλασιαστής καθυστέρησης
10	Φωτεινός ενδείκτης καθυστέρησης παλμού 180°
11	Φωτεινός ενδείκτης καθυστέρησης παλμού 90°
12	Ρύθμιση συχνότητας συντονισμού
13	Ρύθμιση κλίσης μαγνητικού πεδίου
14	Επιλογή ανίχνευσης διόδου/φάσης
15	Ρύθμιση κέρδους δέκτη NMR
16	Επιλογή εύρους ζώνης ενισχυτή εξόδου

17	Ρύθμιση φάσης αναφοράς ανιχνευτή φάσης
----	--

Οπίσθιο χειριστήριο	
18	Συνδετήρας BNC για σήμα εξόδου NMR (συνδέεται στην είσοδο του ψηφιακού παλμογράφου)
19	Συνδετήρας BNC για συγχρονισμό προγραμματιστή παλμών
20	Επιλογή συγχρονισμού (1 πρώτος παλμός, 2:δεύτερος παλμός, E: ηχώ)
21	Συνδετήρας τροφοδοσίας
22	Συνδετήρας απομακρυσμένου ελέγχου (προαιρετικά)

5. Καταστάσεις λειτουργίας φασματογράφου πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού

Ο φασματογράφος λειτουργεί σε πέντε διαφορετικές καταστάσεις λειτουργίας, που ρυθμίζονται με χρήση του διακόπτη #1:

- Εξασθένηση ελεύθερης επαγωγής (free induction decay, FID)
- Αποκατάσταση αναστροφής (inversion recovery, IR)
- Spin-echo (SE)
- Ακολουθία Carr-Purcell (CP)
- Ακολουθία Gated Carr-Purcell (CPS)

Τα πειράματα σε καθεμιά από τις παραπάνω καταστάσεις μπορούν να πραγματοποιηθούν είτε μια μόνο φορά (με χειροκίνητη ρύθμιση), ή να διενεργηθούν επαναληπτικές μετρήσεις αυτόματα με επιλογή του διακόπτη #2. Στην περίπτωση που επιλεγεί η αυτόματη διαδικασία, ο χρόνος επανάληψης καθορίζεται με τη βοήθεια του διακόπτη #4 και λαμβάνει τιμές από 0.3s έως 10s.

5.1 Σήμα εξασθένησης ελεύθερης επαγωγής (Free induction decay, FID)

Κατά τη λειτουργία αυτή, εφαρμόζεται στο δείγμα ένας παλμός RF. Εάν έχει επιλεγεί η θέση 1 για το διακόπτη #20 (οπίσθιο χειριστήριο-επιλογή συγχρονισμού), εφαρμόζεται ένας παλμός συγχρονισμού από την έξοδο #19, προκειμένου να συγχρονίσει τον ψηφιακό παλμογράφο. Η διάρκεια του παλμού ελέγχεται από το ποτενσιόμετρο #6 και ρυθμίζεται, ώστε να δίνει μέγιστο FID σήμα.

5.2 Αποκατάσταση αναστροφής (Inversion recovery, IR)

Στο πείραμα αυτό εφαρμόζονται δυο παλμοί RF στο μετρούμενο δείγμα. Η διάρκεια του πρώτου παλμού (180°) ελέγχεται από τον διακόπτη #6, ενώ η διάρκεια του δεύτερου (90°) από τον διακόπτη #7. Ο χρόνος μεταξύ των δυο παλμών καθορίζεται από τους διακόπτες #8 και #9. Ο χρήστης μπορεί επίσης να επιλέξει κάποιον από τους παλμούς αυτούς ως παλμό συγχρονισμού, προκειμένου να συγχρονίσει τον παλμογράφο, επιλέγοντας είτε τη θέση 1, ή τη θέση 2 του διακόπτη #20 στο οπίσθιο χειριστήριο του MS4.

Ο χρήστης θα πρέπει να ρυθμίσει τη διάρκεια του παλμού 180° , ώστε το πλάτος του λαμβανόμενου σήματος να ελαχιστοποιείται, σε αντίθεση με τη διάρκεια του παλμού 90° , που πρέπει να έχει ως αποτέλεσμα τη μεγιστοποίηση του πλάτους του λαμβανόμενου σήματος. Καθ' όλη τη διάρκεια των ρυθμίσεων, πρέπει να αποφεύγονται οι επιδράσεις χαλάρωσης spin-lattice και επικάλυψης (overlapping) των σημάτων που ακολουθούν τους δυο παλμούς. Γι' αυτό ο χρόνος επανάληψης του πειράματος T_R θα πρέπει να είναι μεγαλύτερος ή ίσος από $5T_1$, ενώ το διάστημα T_D μεταξύ των δυο παλμών RF θα πρέπει να είναι είτε πολύ μικρότερο του χρόνου T_1 (αλλά μεγαλύτερο του FID), ή μεγαλύτερο από $2T_1$.

Αυτή η κατάσταση λειτουργίας χρησιμοποιείται κυρίως για τον προσδιορισμό των χρόνων χαλάρωσης spin-lattice. Αν ο χρόνος καθυστέρησης μεταξύ του παλμού 180° και του παλμού 90° είναι T_D , για την περίπτωση ανίχνευσης φάσης ισχύει η σχέση

$$S(T_D) = S(0)[1 - 2\exp(-T_D/T_1)]$$

5.3 Σήμα Spin echo

Οι διάρκειες των παλμών 90° και 180° ρυθμίζονται και πάλι με τη βοήθεια των διακοπών #7 και #6 αντίστοιχα, ενώ ο χρόνος καθυστέρησης T_D μεταξύ των δυο παλμών μέσω των διακοπών #10 και #9. Όπως και στην περίπτωση αποκατάστασης αναστροφής, ο χρήστης μπορεί να επιλέξει τη θέση συγχρονισμού 1 ή 2 για το διακόπτη #20 στο οπίσθιο χειριστήριο. Αν επιλεγεί η θέση E εμφανίζεται ένας παλμός συγχρονισμού σε χρόνο T_D μετά από τον δεύτερο παλμό (δηλαδή τη χρονική στιγμή του μέγιστου spin echo σήματος).

Ο παλμός 90° θα πρέπει να ρυθμιστεί, ώστε να έχουμε μέγιστο FID σήμα, ενώ ο παλμός 180° , ώστε να έχουμε μέγιστο spin echo σήμα. Ισχύουν οι ίδιοι περιορισμοί με την περίπτωση αποκατάστασης αναστροφής για την αποφυγή των επιδράσεων του χρόνου χαλάρωσης spin-lattice και την επικάλυψη των σημάτων NMR.

Το παραπάνω πείραμα χρησιμοποιείται κυρίως για τον καθορισμό του χρόνου χαλάρωσης spin-spin T_2 . Η εξάρτηση του πλάτους του σήματος spin echo από το χρόνο καθυστέρησης T_D μεταξύ των δυο παλμών είναι:

$$S(T_D) = S(0)\exp(-2T_D/T_2)$$

5.4 Ακολουθίες Carr-Purcell (CP) - Gated Carr-Purcell (CPS)

Στην περίπτωση αυτή εφαρμόζεται στο δείγμα ένας παλμός 90° και ακολουθεί μια σειρά παλμών 180° . Η διάρκεια του παλμού 90° ρυθμίζεται με το διακόπτη #7, ενώ η διάρκεια των υπολοίπων παλμών 180° με το διακόπτη #6. Αν το διάστημα μεταξύ του πρώτου και του δεύτερου παλμού είναι ίσο με T_D (διακόπτες #9, #10), το διάστημα μεταξύ των υπολοίπων παλμών θα είναι $2T_D$. Η μέθοδος αυτή χρησιμεύει στον καθορισμό του χρόνου χαλάρωσης spin-lattice T_2 που γίνεται με βάση τη σχέση:

$$S(T_D) = S(0)\exp(-T_D/T_2)$$

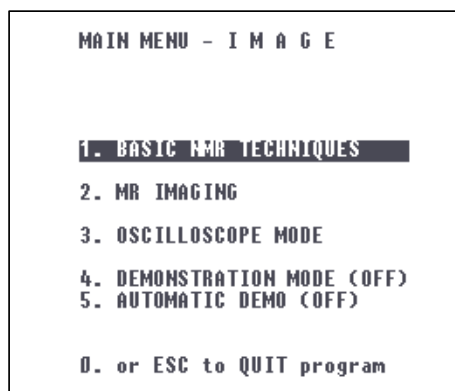
Επειδή η παρουσία μεγάλου αριθμού παλμών RF δυσχεραίνει την παρατήρηση της περιβάλλουσας του λαμβανόμενου σήματος, μπορεί να χρησιμοποιηθεί η κατάσταση λειτουργίας gated Carr Purcell (CPS), στην οποία ειδικό κύκλωμα αποκόπτει τους παλμούς RF από το λαμβανόμενο σήμα, απλουστεύοντας έτσι την μελέτη των αποτελεσμάτων.

6. Πειραματική διαδικασία

Με την εκκίνηση του προγράμματος εμφανίζεται το βασικό μενού (Σχήμα 6). Ενεργοποιείτε την επιλογή Basic NMR Techniques, η οποία περιλαμβάνει έξι διαφορετικές διεργασίες (Σχήμα 7), που έχουν σκοπό να εξοικειώσουν τον χρήστη με τις βασικές τεχνικές NMR που χρησιμοποιούνται.

Ο χρήστης θα πρέπει κάθε φορά να ακολουθεί τις οδηγίες που δίνονται και να ρυθμίζει τις απαιτούμενες παραμέτρους, προκειμένου το σήμα που λαμβάνει από το εξεταζόμενο δείγμα αναφοράς να προσεγγίζει όσο το δυνατό καλύτερα το σήμα αναφοράς, που δίνεται από το πρόγραμμα. Μπορεί να παρατηρεί την αλλαγή που επιφέρει η κάθε παράμετρος στο σήμα που λαμβάνει, αποκτώντας συγχρόνως την ανάλογη εξοικείωση.

Με την ενεργοποίηση μιας διεργασίας εμφανίζεται η αντίστοιχη οθόνη βοήθειας, όπου ο χρήστης λαμβάνει πληροφορίες για όλα τα εργαλεία που παρέχονται. Κάθε πλήκτρο της σειράς F συμβολίζει μία διαδικασία, η οποία επιλέγεται με την ενεργοποίησή του. Η οριζόντια και η κατακόρυφη κλίμακα του σήματος μεταβάλλονται με τα βέλη του πληκτρολογίου, ενώ οποιαδήποτε στιγμή ο χρήστης μπορεί να εγκαταλείψει τη διεργασία στην οποία βρίσκεται και να επιστρέψει στο αρχικό μενού εργασιών.



Σχήμα 9: Βασικό μενού εργασιών



Σχήμα 10: Βασικές τεχνικές NMR

6.1 Βασικά φαινόμενα NMR

Από το μενού Basic NMR Techniques επιλέξτε τη διεργασία Basic NMR Phenomena, την πρώτη που θα μας απασχολήσει στη συγκεκριμένη εργαστηριακή άσκηση.

Η διεργασία αυτή επιτρέπει την εκτέλεση πειραμάτων για την κατανόηση των βασικών φαινομένων που σχετίζονται με τον πυρηνικό μαγνητικό συντονισμό, όπως πειράματα εξασθένησης ελεύθερης επαγωγής, spin-echo και κλίσεως πεδίου. Στην αντίστοιχη οθόνη βοήθειας δίνονται αναλυτικά οι λειτουργίες των πλήκτρων της σειράς F, καθώς και κάποιες συμβουλές για διευκόλυνση του χρήστη (Σχήμα 11).

Η πρώτη ρύθμιση που καλείστε να εκτελέσετε αφορά το σήμα FID, το οποίο λαμβάνει ο χρήστης μετά την εφαρμογή ενός παλμού 90° στο εξεταζόμενο δείγμα. Η ρύθμιση κρίνεται επιτυχής, όταν το λαμβανόμενο σήμα προσεγγίζει το σήμα αναφοράς, που εμφανίζει η συσκευή (Σχήμα 12). Για την πραγματοποίηση του πειράματος αυτού επιλέξτε F2 και ακολουθείστε τις οδηγίες του προγράμματος.

Επιλέγοντας F3 εμφανίζεται το πείραμα spin-echo, κατά το οποίο εφαρμόζονται δυο διαφορετικοί μεταξύ τους παλμοί, που χωρίζονται χρονικά από ένα διάστημα καθυστέρησης T_D . Αρχικά εφαρμόζεται ο παλμός 90° , ώστε να έχουμε μέγιστο FID σήμα, ενώ στη συνέχεια, με καθυστέρηση T_D , ακολουθεί ο παλμός 180° , ώστε να προκύψει μέγιστο spin echo σήμα (Σχήμα 13).

Τέλος, η επιλογή F4 ενεργοποιεί το πείραμα κλίσεως πεδίου. Παρατηρήστε τις αλλαγές στο πλάτος του λαμβανόμενου σήματος spin-echo που επιφέρει η μεταβολή της κλίσεως του πεδίου (Σχήμα 14).

F1: HELP SCREEN for basic NMR phenomena experiments

FUNCTION KEY DESCRIPTION:

F1: HELP	-	this HELP
F2: FID	-	Free Induction Decay experiment
F3: SE	-	Spin Echo experiment
F4: GRAD	-	GRADient experiment
F5:	-	
F6:	-	
F7:	-	
F8:	-	
F9:	-	
F10:	-	
↑↓	-	vertical base change
← →	-	horizontal base change

F1: while executing any function, pressing F1 supplies additional information

ESC: aborts execution, RETURN to previous menu.

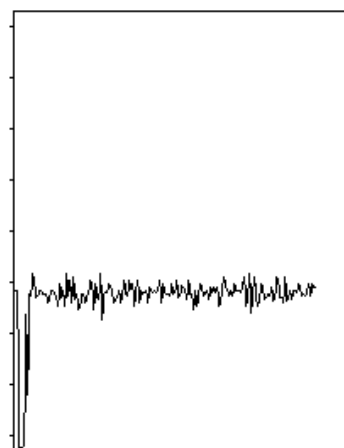
SPACE: stops signal updating on screen. Any key continues signal updating.

1:HELP 2:FID 3:SE 4:GRAD 5: 6: 7: 8: 9: 0:

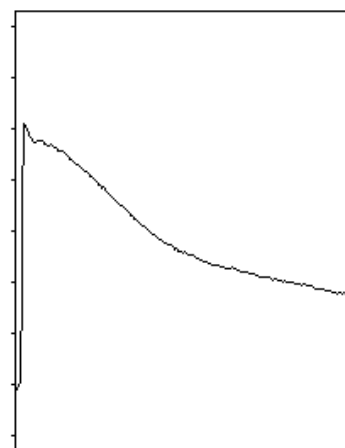
Σχήμα 11: Οθόνη βοήθειας των βασικών NMR φαινομένων

F2: FREE INDUCTION DECAY EXPERIMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	↑↓
Gain	3-5	↑↓
Filter	3	
Resonance	≈500	
Gradient	0	
Pulse 90°	3-7	↑↓
Pulse 180°	3-7	
Pulse delay τ (ms)	0	
Delay multiplier	1	
Repetition time	0.3	
Pulse program	FID	↑↓
Trigger position	1	↑↓



REFERENCE SIGNAL

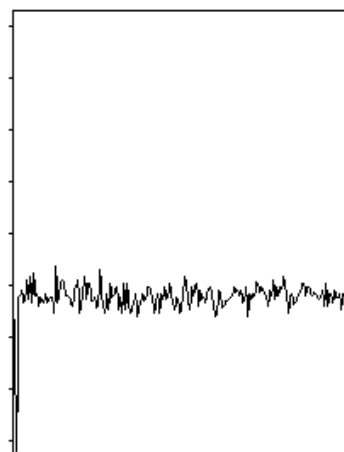


1. Select the trigger selector position 1 (back panel of MS4) !
 2. Select diode detection !
 3. Select the Free Induction Decay (FID) pulse program !
 4. Adjust the 90° r.f. pulse to maximum signal amplitude !
 5. Adjust the GAIN potentiometer to appropriate signal amplitude !
- 1:HELP 2:FID 3:SE 4:GRAD 5: 6: 7: 8: 9: 0:

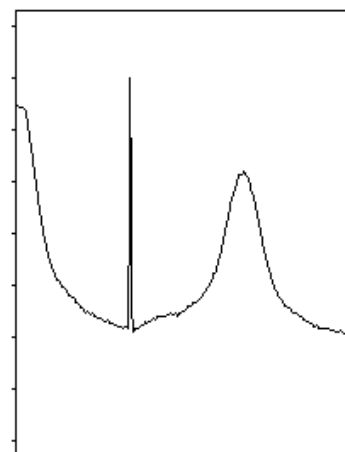
Σχήμα 12: Πείραμα εξασθένησης ελεύθερης επαγωγής

F3: SPIN ECHO EXPERIMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	↑↓
Gain	3-5	↑↓
Filter	4-5	↑↓
Resonance	≈500	
Gradient	0	
Pulse 90°	3-7	↑↓
Pulse 180°	3-7	↑↓
Pulse delay τ (ms)	0-10	↑↓
Delay multiplier	1	
Repetition time	0.3	
Pulse program	SE	
Trigger position	1	

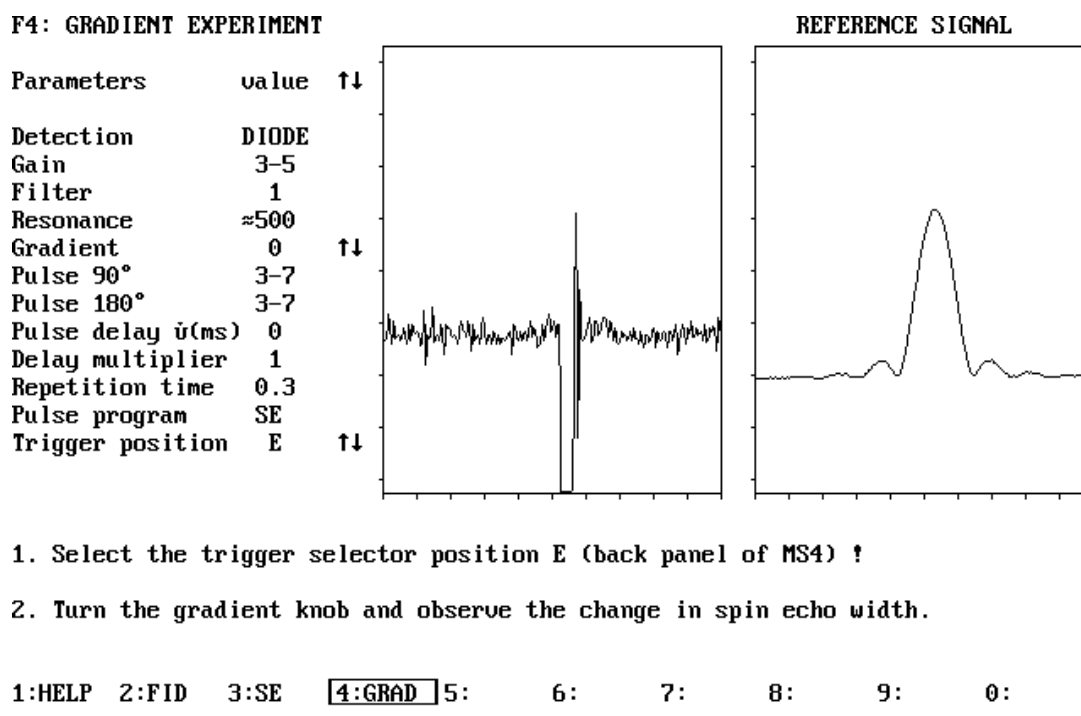


REFERENCE SIGNAL



1. Adjust 90° r.f. pulse to maximum FID signal !
 2. Adjust 180° r.f. pulse to maximum spin echo signal !
 3. Vary the 180° pulse delay and observe the variation of the spin echo amplitude !
- 1:HELP 2:FID 3:SE 4:GRAD 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 13: Πείραμα spin-echo



Σχήμα 14: Πείραμα κλίσεως πεδίου

6.2 Χαλάρωση T_1

Επιλέξτε τη διεργασία Spin-lattice Relaxation (T_1) από το μενού Basic NMR Techniques. Αυτός ο κατάλογος εργασιών αποβλέπει στη ρύθμιση των κατάλληλων παραμέτρων, προκειμένου να μετρηθεί ο χρόνος διαμήκους χαλάρωσης T_1 .

Αρχικά, έχετε τη δυνατότητα να γνωρίσετε τις βασικές λειτουργίες του καταλόγου μέσω της αντίστοιχης οθόνης βοήθειας (Σχήμα 15). Επιλέξτε F2 και ρυθμίστε τον παλμό 90° που εφαρμόζεται στο δείγμα, έτσι ώστε το λαμβανόμενο FID σήμα να έχει μέγιστο πλάτος (Σχήμα 16).

Το επόμενο βήμα αφορά στη ρύθμιση του παλμού 180°, ώστε να ελαχιστοποιείται το πλάτος του λαμβανόμενου σήματος (Σχήμα 17). Για το σκοπό αυτό επιλέξτε F3.

Για τον υπολογισμό του χρόνου χαλάρωσης T_1 επιλέξτε αρχικά τη διεργασία F4 spin-lattice relaxation measurement (T_1) και πραγματοποιείτε τις απαραίτητες ρυθμίσεις σύμφωνα με τις οδηγίες του προγράμματος (Σχήμα 15). Στη συνέχεια συνδέστε το σήμα εξόδου NMR (διακόπτης #18) στην είσοδο του ψηφιακού παλμογράφου. Μεταβάλλοντας τον χρόνο καθυστέρησης T_D μεταξύ των δυο εφαρμοζόμενων παλμών με τη βοήθεια του διακόπτη #8, μετρείστε κάθε φορά το πλάτος του λαμβανόμενου σήματος στον παλμογράφο. Ο χρόνος χαλάρωσης T_1 υπολογίζεται σύμφωνα με τη σχέση

$$S(T_D) = S(0)\exp[1-2\exp(-T_D/T_1)]$$

από το ημιλογαριθμικό διαγράμμα του $\ln(S(0)-S(T_D))$ ως προς T_D .

F1: HELP SCREEN for Spin-Lattice relaxation experiment (T1)

FUNCTION KEY DESCRIPTION:

F1: HELP - this HELP
 F2: P90° - adjust the 90° r.f. pulse
 F3: P180° - adjust the 180° r.f. pulse
 F4: T1 - spin-lattice relaxation measurement (T1)
 F5: -
 F6: -
 F7: -
 F8: -
 F9: -
 F10: -
 ↑↓ - vertical base change
 ← → - horizontal base change

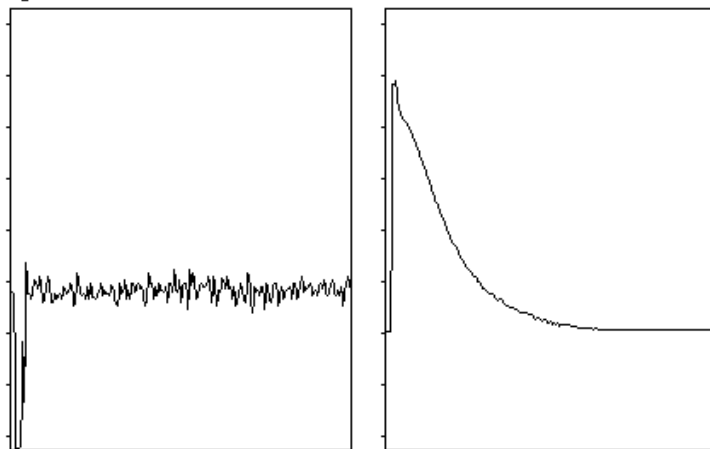
F1: while executing any function, pressing F1 supplies additional information
 ESC: aborts execution, RETURN to previous menu.
 SPACE: stops signal updating on screen. Any key continues signal updating.

1:HELP 2:P90° 3:P180° 4:T1 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 15: Οθόνη βοήθειας του πειράματος χρόνου χαλάρωσης T_1

F2: 90° r.f. pulse & gain adjustment

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	
Gain	3-5	↑↓
Filter	3	↑↓
Resonance	≈500	
Gradient	0	
Pulse 90°	3-7	↑↓
Pulse 180°	3-7	
Pulse delay τ (ms)	0	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	FID	↑↓
Trigger position	1	↑↓



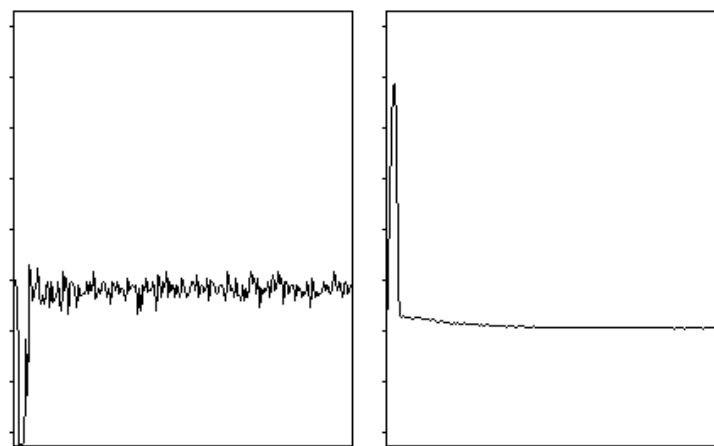
1. Select the trigger selector position 1 (back panel of MS4) !
2. Select the Free Induction Decay (FID) pulse program !
3. Adjust the 90° r.f. pulse to maximum signal !
4. Adjust the gain potentiometer to obtain an adequate signal amplitude !

1:HELP 2:P90° 3:P180° 4:T1 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 16: Ρύθμιση παλμού 90° – κέρδους

F3: 180° pulse width adjustment

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	
Gain	O.K.	
Filter	3	
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	3-7	↑↓
Pulse delay τ (ms)	0	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	IR	↑↓
Trigger position	1	



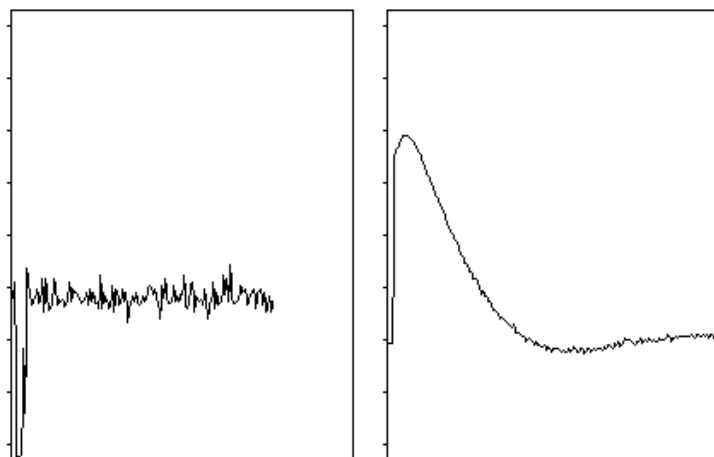
1. Select the Inverse Recovery (IR) pulse sequence !
2. Adjust the first 180° r.f. pulse to minimum (\approx zero) signal amplitude !

1:HELP 2:P90° 3:P180° 4:T1 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 17: Ρύθμιση πλάτους παλμού 180°

F4: SPIN-LATTICE RELAXATION EXPERIMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	PHASE	↑↓
Gain	O.K.	
Filter	3	
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	O.K.	
Pulse delay τ (ms)	0-50	↑↓
Delay multiplier	1-10	↑↓
Repetition time	1-2s	↑↓
Pulse program	IR	
Trigger position	2	↑↓



1. Select the 2 trigger position on the back panel of MS4 spectrometer !
 2. Vary the pulse delay from 0 to 50 and multiplier from 1 to 10 until the signal reaches the maximum value !
 3. Repetition time should be \approx 5 times longer than T1.
 4. T1 is obtained from the slope of the semilog plot $\log(s_0 - s)/t$.
- 1:HELP 2:P90° 3:P180° 4:T1 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 18: Ρύθμιση παραμέτρων για τον υπολογισμό του χρόνου χαλάρωσης T_1

6.3 Χαλάρωση Spin-Spin (T_2)

Επιλέξτε τη διεργασία Spin-spin Relaxation (T_2) από το μενού Basic NMR Techniques. Όπως και στους προηγούμενους καταλόγους, εμφανίζεται αρχικά η οθόνη βοήθειας, όπου συνοψίζονται οι λειτουργίες του συγκεκριμένου καταλόγου (Σχήμα 19). Ενεργοποιείτε διαδοχικά τις επιλογές F2 και F3 και πραγματοποιείτε κάθε φορά τις απαραίτητες ρυθμίσεις, σύμφωνα με τις οδηγίες του προγράμματος (Σχήμα 20, 21).

Για τη μέτρηση του χρόνου διαμήκους χαλάρωσης T_2 συνδέστε το σήμα εξόδου NMR (διακόπτης #18) στον ψηφιακό παλμογράφο. Μετρείστε στον παλμογράφο το πλάτος του λαμβανόμενου σήματος για διαφορετικούς χρόνους καθυστέρησης T_D μεταξύ των εφαρμοζόμενων παλμών. Ο χρόνος T_2 υπολογίζεται με τη βοήθεια της σχέσης

$$S(T_D) = S(0)\exp(-2 T_D / T_2)$$

από το ημιλογαριθμικό διάγραμμα του $\ln(S(T_D)/S(0))$ ως προς T_D .

F1: HELP SCREEN for Spin-Spin relaxation experiment (T2)

FUNCTION KEY DESCRIPTION:

```

F1: HELP   -  this HELP
F2: PULSE  -  r.f. pulse & gain adjustment
F3: T2     -  spin-spin relaxation measurement
F4:        -
F5:        -
F6:        -
F7:        -
F8:        -
F9:        -
F10:       -

↑↓         -  vertical base change
← →       -  horizontal base change

```

F1: while executing any function, pressing F1 supplies additional information

ESC: aborts execution, RETURN to previous menu.

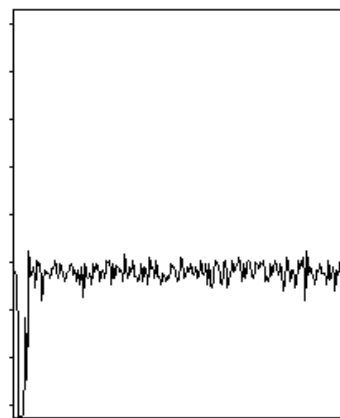
SPACE: stops signal updating on screen. Any key continues signal updating.

1:HELP 2:PULSE 3:T2 4: 5: 6: 7: 8: 9: 0:

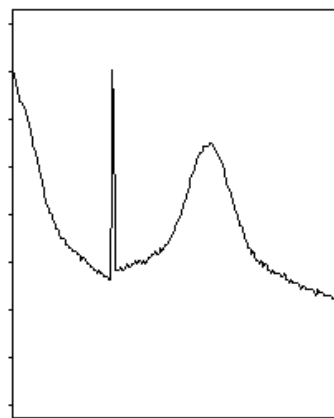
Σχήμα 19: Οθόνη βοήθειας πειράματος χρόνου χαλάρωσης T_2

F2: ADJUSTMENT of 90° AND 180° PULSES

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	
Gain	3-5	↑↓
Filter	4	↑↓
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	3-7	↑↓
Pulse 180°	3-7	↑↓
Pulse delay \bar{u} (ms)	3	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	SE	↑↓
Trigger position	1	↑↓



REFERENCE SIGNAL



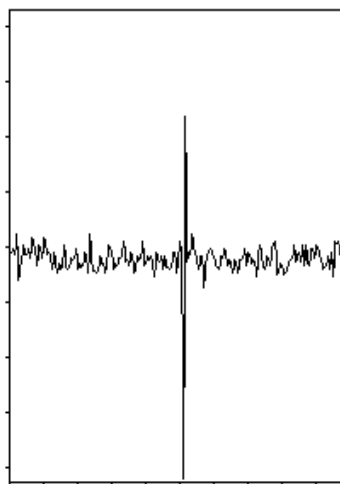
1. Select the trigger selector position 1 (back panel of MS4) !
2. Select the Spin Echo (SE) pulse program !
3. Adjust the first 90° pulse to maximum FID signal amplitude !
4. Adjust the second 180° pulse to maximum spin echo signal amplitude !
5. Adjust the gain to get the appropriate signal amplitude !

1:HELP 2:PULSE 3:T2 4: 5: 6: 7: 8: 9: 0:

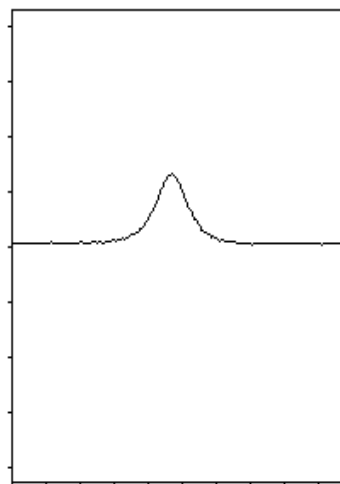
Σχήμα 20: Ρύθμιση παλμών 90° και 180°

F3: SPIN-SPIN RELAXATION EXPERIMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	
Gain	O.K.	
Filter	4	
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	O.K.	
Pulse delay \bar{u} (ms)	3	↑↓
Delay multiplier	1	↑↓
Repetition time	1	
Pulse program	SE	
Trigger position	E	↑↓



REFERENCE SIGNAL



1. Select the trigger selector position E (back panel of MS4) !
2. Vary the pulse delay from 0-50 and multiplier from 1 to 10 until the amplitude of the spin echo drops to 1/3 of the amplitude at minimum delay !
3. T2 is obtained from the slope in semilog plot $\log(\text{echo amplitude})/\bar{u}$.

1:HELP 2:PULSE 3:T2 4: 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 21: Ρύθμιση παραμέτρων για τον υπολογισμό του χρόνου T_2

6.4 Ακολουθία Carr-Purcell (CP)

Σε αυτό το στάδιο της εργαστηριακής άσκησης πρόκειται να μελετηθεί η ακολουθία παλμών Carr-Purcell. Για τον σκοπό αυτό επιλέξτε Carr-Purcell (CP) sequence από το μενού Basic NMR Techniques.

Αρχικά, εμφανίζεται η αντίστοιχη οθόνη βοήθειας (Σχήμα 22), όπου συνοψίζονται οι λειτουργίες του καταλόγου. Στη συνέχεια επιλέξτε F2 για τη ρύθμιση των εφαρμοζόμενων παλμών 90° και 180° , οι οποίοι θα αποτελέσουν την ακολουθία Carr-Purcell (Σχήμα 23). Τέλος, επιλέξτε F3, εκτελέστε τις απαραίτητες ρυθμίσεις και παρατηρήστε το λαμβανόμενο σήμα (Σχήμα 24).

F1: HELP SCREEN for Carr-Purcell experiment (CP)

FUNCTION KEY DESCRIPTION:

F1: HELP	-	this HELP
F2: PULSE	-	r.f. pulse & gain adjustment
F3: CP	-	Carr-Purcell experiment
F4:	-	
F5:	-	
F6:	-	
F7:	-	
F8:	-	
F9:	-	
F10:	-	
↑↓	-	vertical base change
← →	-	horizontal base change

F1: while executing any function, pressing F1 supplies additional information

ESC: aborts execution, RETURN to previous menu.

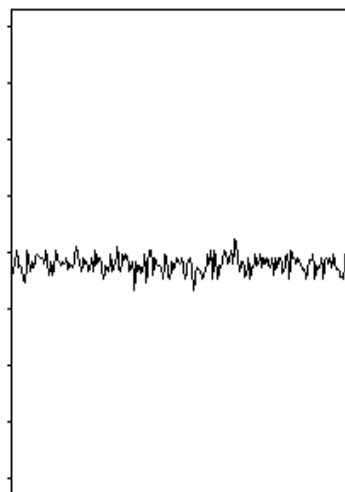
SPACE: stops signal updating on screen. Any key continues signal updating.

1:HELP 2:PULSE 3:CP 4: 5: 6: 7: 8: 9: 0:

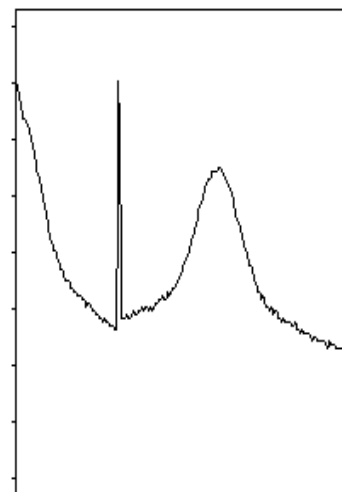
Σχήμα 22: Οθόνη βοήθειας ακολουθίας Carr-Purcell

F2: ADJUSTMENT of 90° AND 180° PULSES

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	
Gain	3-5	↑↓
Filter	3	↑↓
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	3-7	↑↓
Pulse 180°	3-7	↑↓
Pulse delay τ (ms)	3	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	SE	
Trigger position	1	



REFERENCE SIGNAL



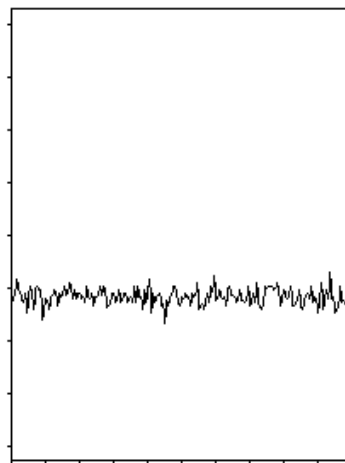
1. Select the Spin Echo (SE) pulse program !
2. Adjust the first 90° pulse to maximum FID signal amplitude !
3. Adjust the second 180° pulse to maximum spin echo signal amplitude !
4. Adjust the gain to get the appropriate signal amplitude !

1:HELP 2:PULSE 3:CP 4: 5: 6: 7: 8: 9: 0:

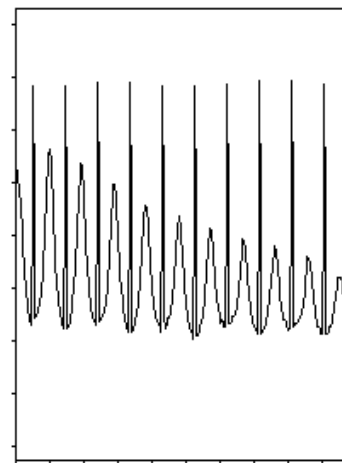
Σχήμα 23: Ρύθμιση παλμών 90° και 180° για το πείραμα Carr-Purcell

F3: CARR-PURCELL EXPERIMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	
Gain	O.K.	
Filter	3	
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	O.K.	
Pulse delay τ (ms)	3	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	CP	↑↓
Trigger position	1	



REFERENCE SIGNAL



1. Select the Carr-Purcell (CP) program !
2. Adjust the time base appropriately !
3. Vary the pulse delay to get appropriate CP sequence length !
4. T2 is obtained from the slope in semilog plot of the echo envelope versus time.

1:HELP 2:PULSE 3:CP 4: 5: 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 24: Πείραμα Carr-Purcell

6.5 Ταχύς μετασχηματισμός Fourier (Fast Fourier Transform, FFT)

Στη συνέχεια μελετάται το φάσμα του λαμβανόμενου σήματος με τη βοήθεια του ταχέως μετασχηματισμού Fourier. Επιλέξτε τη διεργασία Fast Fourier Transform (FFT) από το μενού Basic NMR Techniques. Όπως και προηγουμένως, μπορείτε να δείτε συγκεντρωτικά τις λειτουργίες που εκτελεί ο συγκεκριμένος κατάλογος στην αντίστοιχη οθόνη βοήθειας (Σχήμα 25).

Στη συνέχεια, θα πρέπει να εκτελέσετε μία σειρά ρυθμίσεων η οποία αποβλέπει στην αποτελεσματική λειτουργία του ταχέως μετασχηματισμού Fourier. Επιλέξτε διαδοχικά τις διεργασίες F2, F3 και F4 και ρυθμίστε τις απαιτούμενες παραμέτρους (Σχήμα 26, 27 και 28 αντίστοιχα). Επιλέξτε, τέλος, τη διεργασία F5 και παρατηρήστε το λαμβανόμενο FFT σήμα (Σχήμα 29).

F1: HELP SCREEN for Fast-Fourier Transform experiment (FFT)

FUNCTION KEY DESCRIPTION:

```

F1: HELP   -  this HELP
F2: PULSE  -  r.f. pulse & gradient adjustment
F3: ACQ    -  data ACQquisition parameters adjustment
F4: RESON  -  of RESONance adjustment
F5: FFT    -  Fast-Fourier Transform (FFT) experiment
F6:        -
F7:        -
F8:        -
F9:        -
F10:       -

↑↓         -  vertical base change
← →       -  horizontal base change

```

F1: while executing any function, pressing F1 supplies additional information

ESC: aborts execution, RETURN to previous menu.

SPACE: stops signal updating on screen. Any key continues signal updating.

```

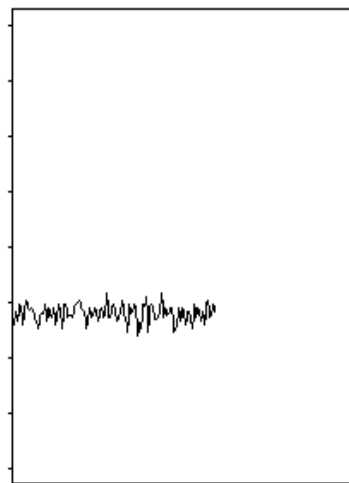
1:HELP 2:PULSE 3:ACQ 4:RESON 5:FFT 6: 7: 8: 9: 0:

```

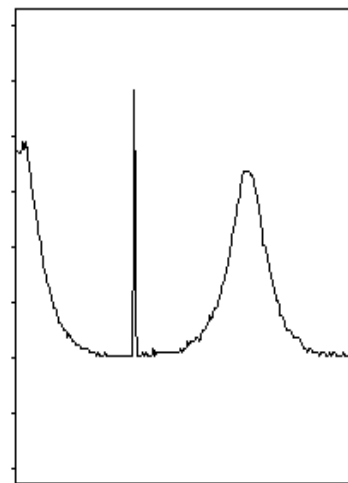
Σχήμα 25: Οθόνη βοήθειας FFT

F2: R.F. PULSE & GAIN ADJUSTEMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	↑↓
Gain	3-5	↑↓
Filter	1	
Resonance	O.K.	
Gradient	0	
Pulse 90°	3-7	↑↓
Pulse 180°	3-7	↑↓
Pulse delay τ (ms)	3	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	SE	↑↓
Trigger position	1	



REFERENCE SIGNAL



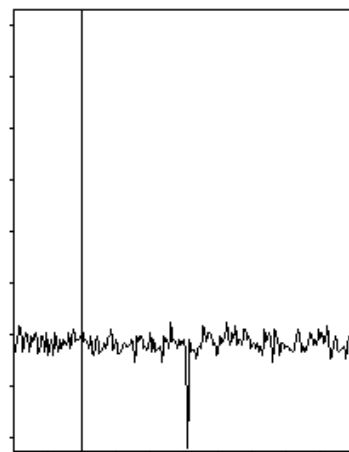
1. Select Spin Echo (SE) pulse program !
2. Adjust 90° pulse to maximum Free Induction Decay (FID) amplitude !
3. Adjust 180° pulse to maximum Spin Echo (SE) amplitude !
3. Adjust gain to get the appropriate signal amplitude !

1:HELP 2:PULSE 3:ACQ 4:RESON 5:FFT 6: 7: 8: 9: 0:

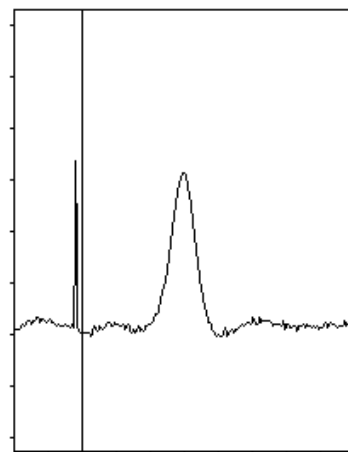
Σχήμα 26: Ρύθμιση παλμών και κέρδους

F3: DATA ACQUISITION PARAMETERS

Parameters	value	↑↓
Detection	DIODE	↑↓
Gain	O.K.	
Filter	1	
Resonance	≈500	
Gradient	0	
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	O.K.	
Pulse delay τ (ms)	≈6	↑↓
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	SE	
Trigger position	E	↑↓



REFERENCE SIGNAL



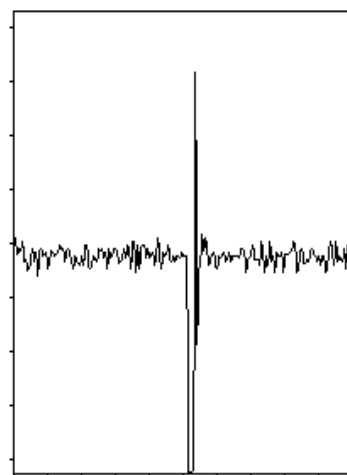
1. Select trigger position E on the rear panel of the MS4 spectrometer !
2. Adjust delay between 90° and 180° r.f pulses according to the reference signal !

1:HELP 2:PULSE 3:ACQ 4:RESON 5:FFT 6: 7: 8: 9: 0:

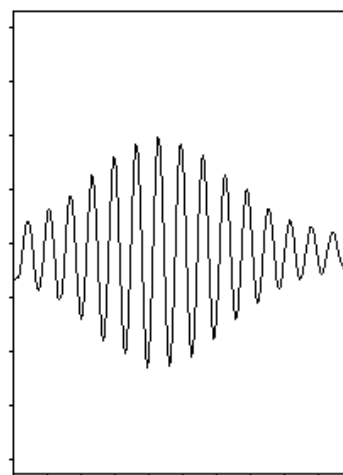
Σχήμα 27: Ρύθμιση παραμέτρων για ανάκτηση δεδομένων

F4: OFF RESONANCE ADJUSTMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	PHASE	
Gain	ADJ.	↑↓
Filter	2	
Resonance	ADJ.	↑↓
Gradient	0	
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	O.K.	
Pulse delay τ (ms)	≈ 6	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	SE	
Trigger position	E	



REFERENCE SIGNAL



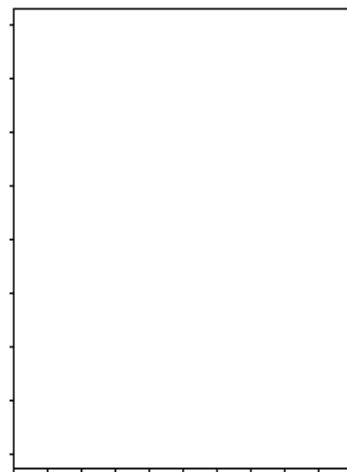
1. Select phase sensitive detection !
2. Shift the magnetic field off resonance according to the reference screen !
3. Adjust signal gain !

1:HELP 2:PULSE 3:ACQ **4:RESON** 5:FFT 6: 7: 8: 9: 0:

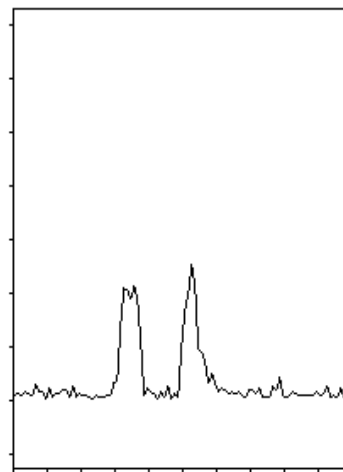
Σχήμα 28: Ρύθμιση παραμέτρων συντονισμού

F5: FAST FOURIER TRANSFORM EXPERIMENT

Parameters	value	↑↓
Detection	PHASE	
Gain	O.K.	
Filter	2	
Resonance	ADJ.	↑↓
Gradient	ADJ.	↑↓
Pulse 90°	O.K.	
Pulse 180°	O.K.	
Pulse delay τ (ms)	≈ 6	
Delay multiplier	1	
Repetition time	1	
Pulse program	SE	
Trigger position	E	



REFERENCE SIGNAL



1. Adjust magnetic field gradient so that frequency spectrum is well resolved !
2. Adjust resonance so that the FFT signal is approximately centered !
3. Rotate the phantom sample to observe the angular dependence of the FFT !

1:HELP 2:PULSE 3:ACQ 4:RESON **5:FFT** 6: 7: 8: 9: 0:

Σχήμα 29: Ταχύς Μετασχηματισμός Fourier

7. Απεικόνιση πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού

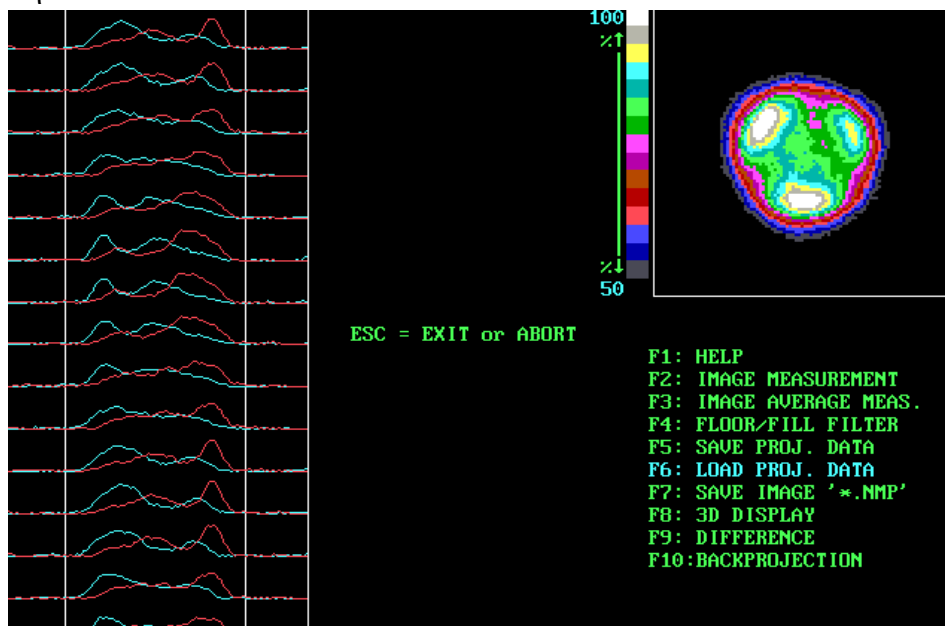
Επιστρέφοντας στο βασικό μενού εργασιών Main Menu και επιλέγοντας τον κατάλογο MR Imaging ο χρήστης μπορεί να μελετήσει την απεικόνιση πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού διαφόρων δειγμάτων.

Συγκεκριμένα, στην κατηγορία λειτουργιών Setup imaging parameters ρυθμίζονται, με τη βοήθεια των οδηγιών του προγράμματος, οι απαραίτητες παράμετροι προκειμένου να επιτευχθεί το βέλτιστο αποτέλεσμα απεικόνισης, η οποία πραγματοποιείται στη συνέχεια με την επιλογή της λειτουργίας Measure Image. Η ρύθμιση των διαφόρων παραμέτρων κρίνεται επιτυχής, όταν το λαμβανόμενο σήμα προσεγγίζει το σήμα αναφοράς.

Το πρόγραμμα υπολογίζει τη διδιάστατη κατανομή των πρωτονίων του δείγματος λαμβάνοντας τις προβολές της κατανομής των spin σε 32 ισαπέχουσες γωνιακές θέσεις ($360^\circ/32 \approx 11^\circ$). Ως προβολή ορίζεται το φάσμα ισχύος του ταχέως μετασχηματισμού Fourier του spin echo σήματος που λαμβάνεται από το εξεταζόμενο δείγμα. Στη συνέχεια πραγματοποιείται ανακατασκευή οπισθοπροβολής και η αντίστοιχη 75×75 pixel εικόνα εμφανίζεται στο δεξιό πάνω μέρος της οθόνης. Στο σχήμα 30 δίνεται μια ενδεικτική ανακατασκευασμένη εικόνα. Υπάρχει επίσης η δυνατότητα αποθήκευσης της εικόνας και των δεδομένων προβολής (σε αρχεία τύπου .NMP και .NMR αντίστοιχα), καθώς και η δυνατότητα τρισδιάστατης απεικόνισης, που απαιτεί όμως μεγάλο όγκο υπολογισμών.

Ο υποκατάλογος Filter του καταλόγου MR Imaging παρέχει διάφορες διαδικασίες φιλτραρίσματος. Μπορεί να χρησιμοποιηθεί φίλτρο ενδιάμεσης τιμής (median filter) ή Gaussian φίλτρο για την εξομάλυνση των δεδομένων προβολής, ενώ υπάρχει και η διαδικασία Floor/Fill filter, που στοχεύει στη βελτίωση του περιγράμματος της ανακατασκευής οπισθοπροβολής. Στην τελευταία ο χρήστης μπορεί να καθορίσει το επίπεδο της προβολής που λαμβάνεται ίσο με το μηδέν και το πρόγραμμα υπολογίζει και πάλι την οπισθοπροβολή, λαμβάνοντας υπόψη το νέο μηδενικό επίπεδο.

Τέλος, ο υποκατάλογος Gallery, επιτρέπει την ταυτόχρονη παρατήρηση πολλών εικόνων πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού που έχουν προηγουμένως αποθηκευθεί από τον χρήστη.



Σχήμα 30: Ανακατασκευασμένη εικόνα δείγματος.