

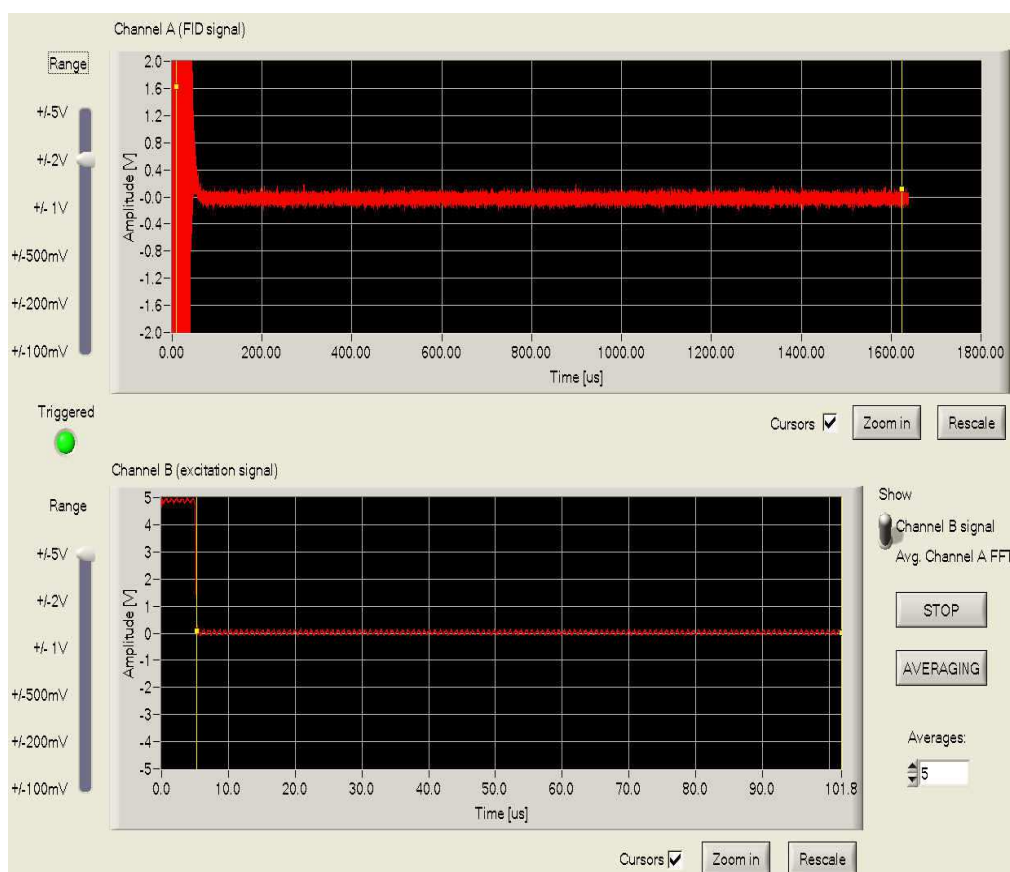
Postup měření

A1) Nastavení optimálních excitačních podmínek signálu FID ^1H ve vzorku pryže

- Uved'te do provozu všechny přístroje v sestavě spektrometru, kromě výkonového zesilovače VZ. Na atenuátoru excitační trasy (dolní kanál jednotky „NMR procesing unit“ (obr. 5)) nastavte hodnotu 27 dB. Vypočítejte rezonanční frekvenci signálu NMR protonů v našem magnetu s využitím hodnoty (16):

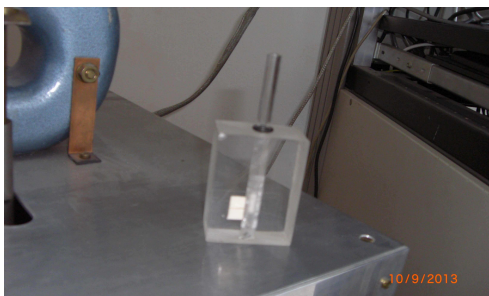
$$f_0 = \gamma' B_0, \quad \gamma' = \frac{\gamma}{2\pi} = 42.512990 \text{ MHz T}^{-1} \quad (22)$$

a nastavte ji na generátoru středního kanálu jednotky „NMR procesing unit“. Přednastavená hodnota frekvence 18,306 MHz této hodnotě přibližně odpovídá (obr. 5). Na řídicím počítači aktivujte měřicí program. Na mezifrekvenčním zesilovači MFZ (střední kanál jednotky „NMR procesing unit“) nastavte šířku pásma 100 kHz a zisk 20 dB. V nabídce pulzního generátoru PG zvolte LD0 a zkontrolujte nastavení pulzní sekvence: měřící pulz (A) o délce $\tau_A \approx 6 \mu\text{s}$, zpožděný oproti počátku serie o $10 \mu\text{s}$, synchronizační pulz (B) zpožděný oproti měřicímu pulzu o $70 \mu\text{s}$. Opakovací dobu T_0 volte $T_0 = 0,3 \text{ s}$. Uved'te do provozu výkonový stupeň VZ. V horním okně je vidět oblast „mrtvé doby přijímače“ cca $60 \mu\text{s}$ a poté šum přijímače na úrovni cca 50 mV (viz obr.10.).

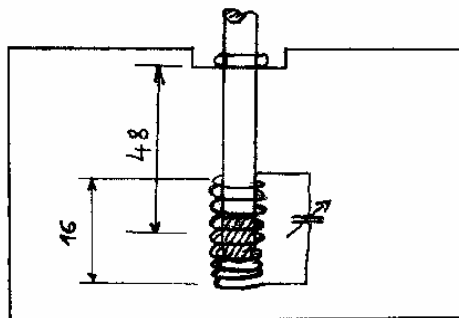


Obr.10.

V dolním okně je zobrazen excitační TTL pulz. Pomocí kalibru na stojánku vzorku (obr.11), nebo měřením podle obr. 12., zkontrolujte nastavení hloubky uložení vzorku pryže.

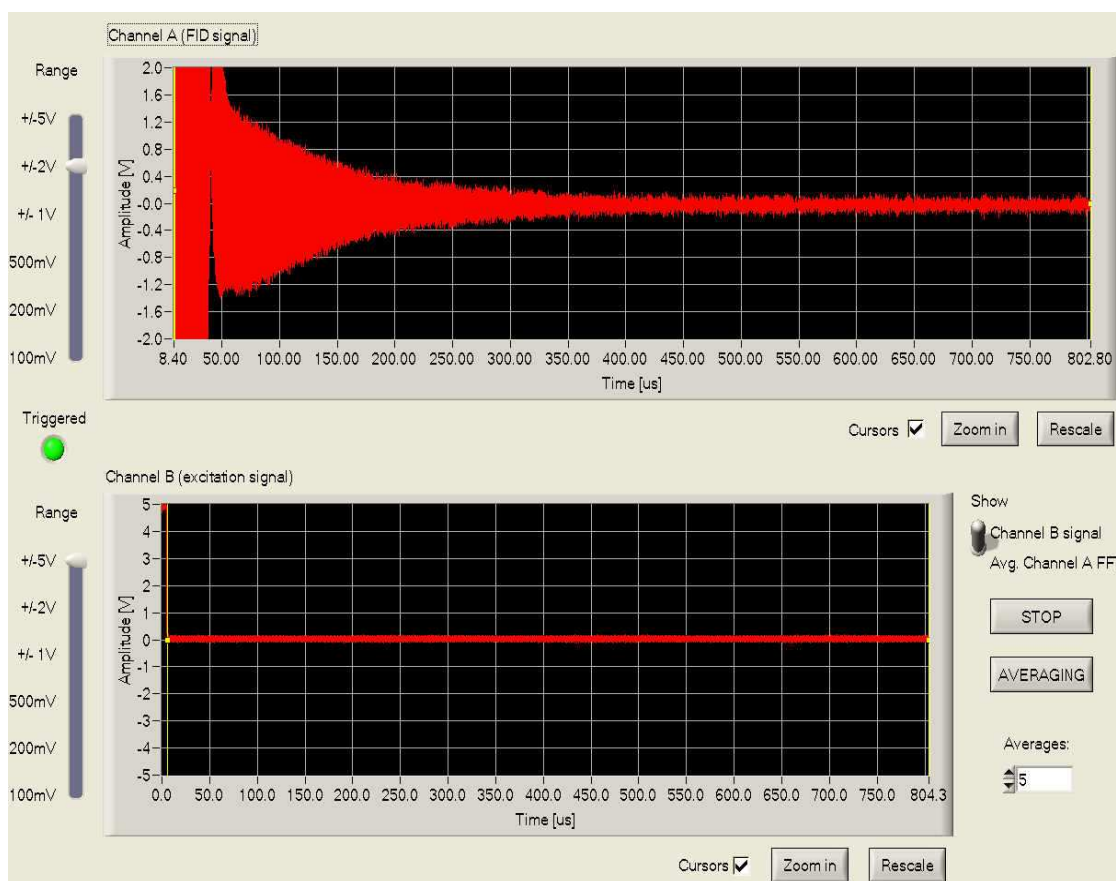


Obr.11



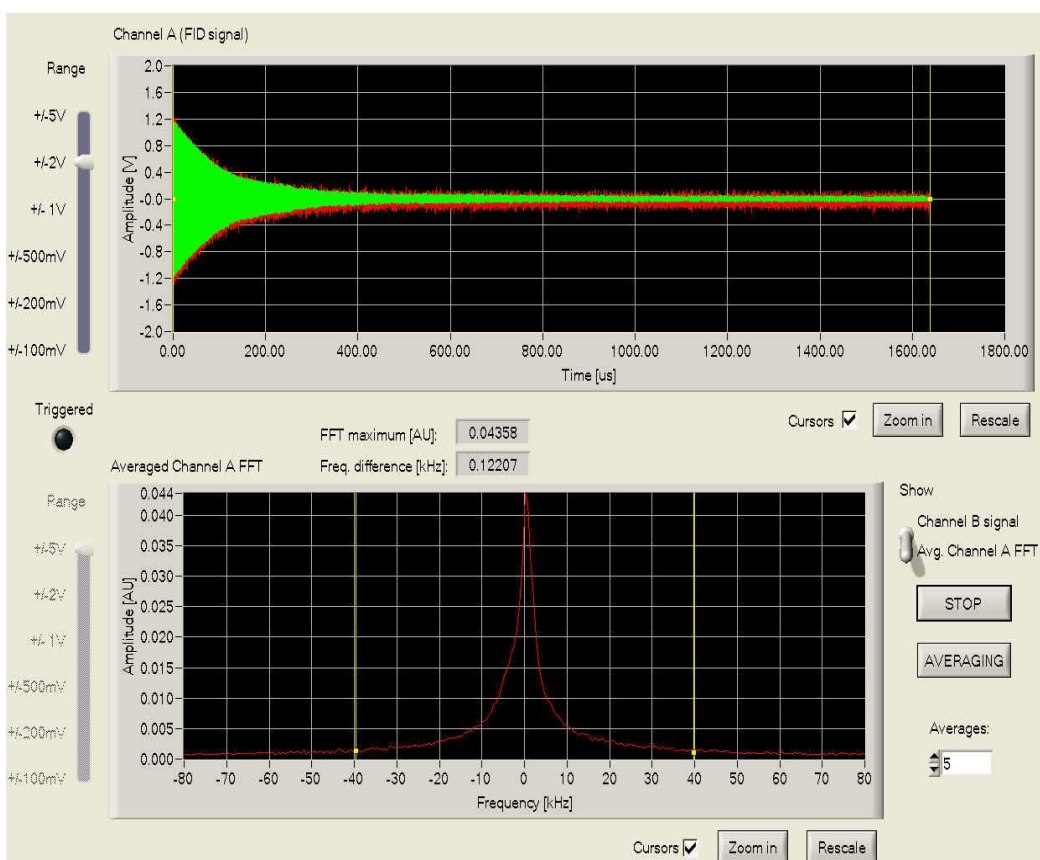
Obr. 12.

- **Odhadněte délku mrtvé doby přijímače**
- **Horizontální posuv sondy** nastavte na hodnotu 0.00, **vertikální posuv** na hodnotu 4.00. Vložte vzorek do sondy. V horním okně se po skončení mrtvé doby přijímače objeví signál volné precese FID (Obr.13).



Obr.13.

- **Nalezněte oblast optimální homogenity magnetického pole.** Posunujte zvolna vertikálním posuvem sondu okolo hodnoty 4.00 a sledujte změnu tvaru signálu volné precese. Protože je signál FID Fourierovým obrazem distribuce magnetického pole (rezonančních frekvencí) v oblasti vzorku (viz teoretická část), je maximální homogenita magnetického pole v situaci, kdy je pokles signálu FID nejpomalejší, signál je „nejdelší“.
- **Korigujte excitační frekvenci signálu.** Zvolte synchronizaci pulzem „B“, přepněte dolní okno na „Avg Channel A FFT“, volte počet sumací 10 (2x5) a aktivujte měřící program (AVERAGING). Po skončení programu je v horním okně vedle jediného signálu FID (červeně) zobrazen i vystředovaný signál (zeleně) a v dolním okně je zobrazeno spektrum signálu NMR (FID) po provedení FFT (obr. 14). Spektrum je obvykle posunuto vůči nule rastru (excitační frekvence). Opravte excitační frekvenci (obr. 5) a experiment zopakujte. Odchyłka excitační frekvence a rezonanční frekvence by neměla být větší, než 1 kHz (viz údaj nad dolním oknem („Freq. Difference“)).



Obr. 14.

- **Nalezněte optimální hodnotu trigrovací doby T_0 .** Změřte závislost amplitudy spektra signálu FID na trigrovací době T_0 v oblasti $0,01 \text{ s} \leq T_0 \leq 1,0 \text{ s}$. Volte vhodně krok změny trigrovací doby T_0 s ohledem na změnu amplitudy signálu. Amplitudu signálu odečítejte z údaje nad dolním oknem („FFT maximum“). Závislost zpracujte graficky. Vzhledem k tomu, že u našeho vzorku (pevná fáze) je $T_2 \ll T_1$, je při nastavení určité trigrovací doby T_0 z-ová složka magnetizace, využitelná pro další FID, dána z-ovou složkou právě „zrelaxovanou“ za dobu T_0 . Vzhledem k tomu, že závislost amplitudy signálu na trigrovacím čase je exponenciální ve tvaru (8), je možno snadno získat pro závislost amplitudy signálu na T_0 vztah:

$$A = A_0 \left(1 - \exp \left(-\frac{T_0}{T_1} \right) \right). \quad (23)$$

Volba vhodného trigrovacího času je vždy kompromisem mezi požadavkem na maximální velikost signálu (opakovaně excitovat pokud možno plně relaxovaný soubor jaderných spinů) na jedné straně a dobou měření (při větších nárocích na sumaci signálu při nízkém poměru signál/šum) na straně druhé. **Stanovte a nastavte optimální trigrovací dobu a fitem experimentálních dat rovnici (23) stanovte relaxační dobu T_1 .**

A2) Měření závislosti amplitudy signálu FID ^1H ve vzorku pryže na délce excitačního pulzu

- **Změřte amplitudu spektra signálu FID** pro různé délky excitačních pulzů v oblasti $2 \mu\text{s} \leq \tau_A \leq 40 \mu\text{s}$. Měření proveďte s krokem $2 \mu\text{s}$. Protože se při prodlužování excitačního pulzu posunuje (v čase) i oblast mrtvé doby přijímače a počátek signálu FID, je zapotřebí při měření s rostoucí délkou excitačního pulzu prodlužovat i odstup mezi měřícím a synchronizačním pulzem tak, aby byla měřena (snímána) pokud možno stejná část signálu FID.
- **Měřenou závislost zpracujte graficky.** Teoretickou závislostí je rovnice pro příčnou složku jaderné magnetizace. V rotujícím souřadném systému v rezonanci je tato závislost dána jednoduchým vztahem (14):

$$A = A_0 \sin(\omega_1 \tau_A), \quad (24)$$

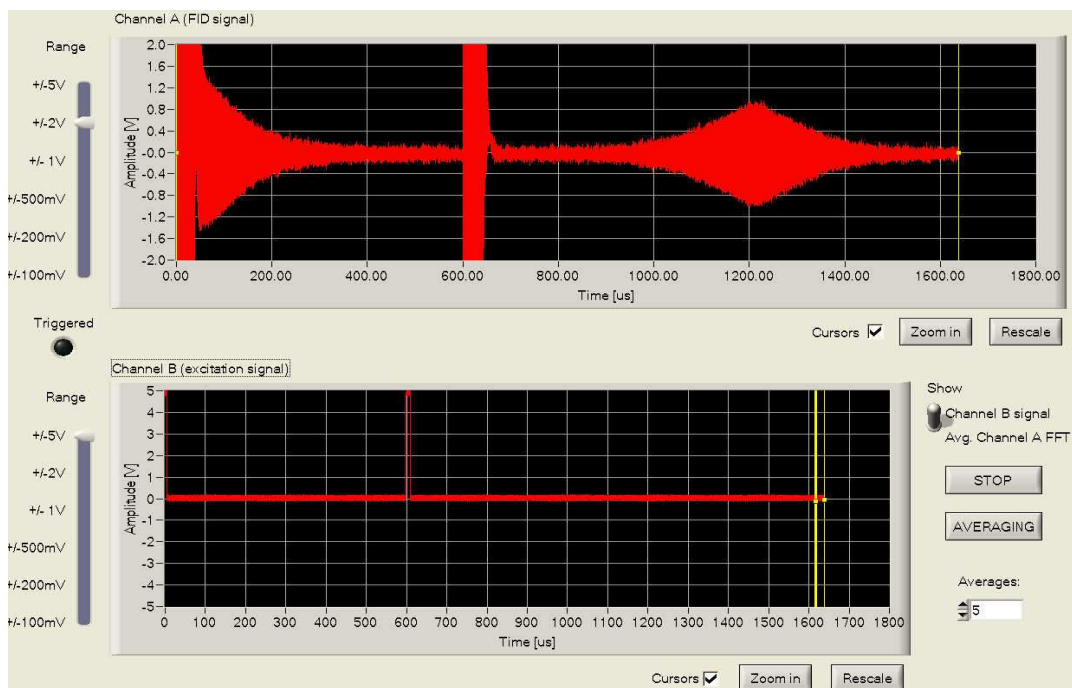
kde $\omega_1 = 2\pi\gamma B_1$ a B_1 je amplituda rf pole v místě vzorku. Pokud chceme ověřit platnost této formule měřením amplitudy spektra, studujeme absolutní hodnoty, a proto je třeba měřené hodnoty srovnávat se vztahem:

$$A = A_0 \left| \sin(\omega_1 \tau_A) \right|, \quad (25)$$

Fitem naměřené závislosti s využitím vztahu (25) stanovte amplitudu rf pole B_1 .

A3) studium signálu dvouimpulzového spinového echa ^1H ve vzorku pryže

- **Na pulzním generátoru PG zvolte** přednastavenou pulzní sekvenci LD 1 a zkontrolujte nastavené parametry. Dva excitační pulzy ve vzdálenosti $t_{12} = 600 \mu\text{s}$. Délka prvního pulzu („A“) odpovídá $\pi/2$ pulzu, délka druhého pulzu („B“) odpovídá úhlu otočení π . (Využijte výsledků úlohy A2). Opakovací doba T_0 je stejná jako v případě signálu FID. Při synchronizaci pulzem „A“ se ve vzdálenosti $600 \mu\text{s}$ za druhým pulzem objeví signál spinového echa (viz obr. 15.). Zdůvodněte, proč je signál FID po druhém excitačním pulzu nulový.
- **Nastavte zpoždění synchronizačního pulzu „C“ na $600 \mu\text{s}$.** Při synchronizaci pulzem „C“ změřte spektrum signálu spinového echa a opravte excitační frekvenci a frekvenci reference přijímače.
- **Nastavte několik různých vzdáleností excitačních pulzů t_{12}** (v intervalu $100 - 7000 \mu\text{s}$) a přesvědčte se, že signál spinového echa má vždy maximum ve vzdálenosti t_{12} od druhého pulzu. V uvedeném intervalu hodnot změřte závislost amplitudy spektra signálu SE na odstupu excitačních pulzů. Měření proveďte v nastavení se synchronizací pulzem „C“. Zpoždění pulzu

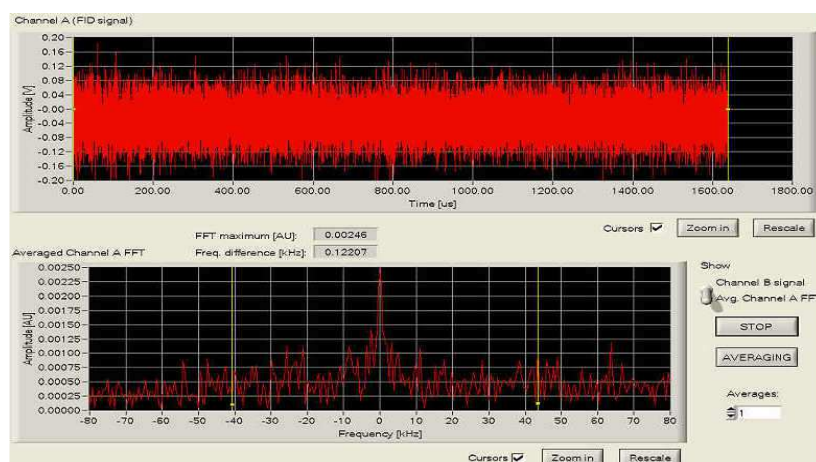


Obr. 15.

„C“ je nutno měnit stejně jako vzdálenost excitačních pulzů t_{12} . **Výsledky měření zpracujte graficky. Fitem rovnicí (15) stanovte relaxační dobu T_2 .**

A4 Studium procesu koherentní sumace

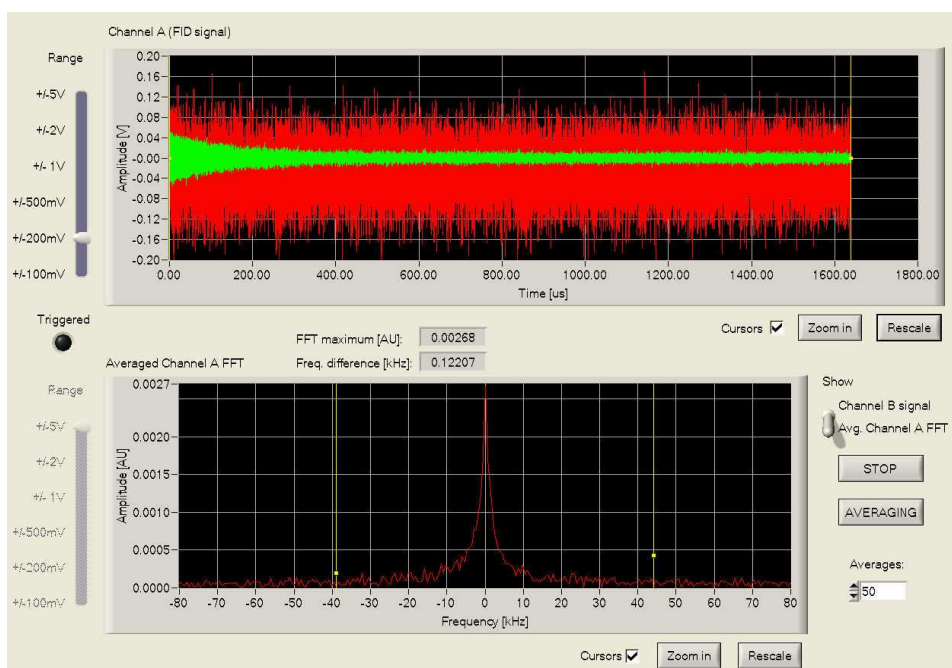
- **Nastavte signál spinového echa** podle úkolu A3.
- **Zvětšete vzdálenost excitačních pulzů na hodnotu $t_{12} \equiv 3$ ms.** Při synchronizaci pulzem „C“ se zpožděním 3 ms je signál spinového echa při dvou průbězích (2 x 1) pod úrovní šumu (obr. 16.). Procedura FFT i přesto najde pozorovatelný signál (viz dolní část obr. 15.). To je způsobeno tím, že vlastní procedura FFT působí jako frekvenční filtr a omezí složky šumu při vyšších frekvencích. Poměr signálu a šumu je nízký (~ 1).



Obr. 16.

Je-li však signál 100krát (2 x 50) koherentně vystředován, dojde k výraznému snížení amplitudy šumu. Výsledek je znázorněn v horní části obr. 17. Červeně je zde uveden stejně jako výše signál po dvojím průchodu, středovaný signál po sto průbězích je obarven zeleně. Po provedení FFT středovaného signálu získáme spektrum uvedené v dolní části obr. 16. Výrazné zvýšení poměru signálu a šumu je zde zřejmé.

- **Proveďte kvalitativní srovnání růstu poměru signálu a šumu s rostoucí počtem sumací N v intervalu (2 – 300). Proveďte několik měření v řadě např. ($N = 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128, 256$). Pro několik vybraných hodnot N zpracujte záznamy spekter graficky s využitím ASCII formátu výstupu měřených dat.**



Obr. 17.

- **Pro kvantitativní ověření závěrů uvedených v části 5 úvodního textu je možno použít standardní odchylku šumového napětí pro daný počet střádání, tedy veličinu σ_{u^n} , pro kterou platí:**

$$\sigma_{u^n}^2 = \langle (\overline{u^n})^2 \rangle - \langle \overline{u^n} \rangle^2 = \langle (\overline{u^n})^2 \rangle. \quad (26)$$

- K dispozici jsou měření provedená výše, tedy spektra pro různé hodnoty N . Pro studium šumu je možno použít okrajové oblasti datových souborů (např. prvních 100 kanálů), kde s jistotou není signál (viz obr 17). Číselné hodnoty v datovém souboru mají význam amplitudy šumového napětí. Pro stanovení střední hodnoty (26) je tedy možno je použít.
- Standardní odchylku vypočteme jako:

$$\sigma_{u^n} = \sqrt{\frac{1}{L-1} \sum_{k=1}^L (u_l^n)^2}, \quad (27)$$

- kde L je počet využitých kanálů (např. 100). **Hodnoty σ_{u^n} vynesete do grafu, např. ve formě $\sigma_{u^n}(1/\sqrt{N})$ a diskutujte výsledek zejména s ohledem na očekávanou závislost:**

$$\sigma_{u^n} = \sigma_{u^n} \frac{1}{\sqrt{N}}. \quad (28)$$