

KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS ELEKTROS IR ELEKTRONIKOS FAKULTETAS

Raimondas Jonkus

PROTONŲ PRECESIJOS MAGNETOMETRAS

Baigiamasis magistro projektas

Vadovas prof. dr. Darius Gailius

KAUNAS, 2016

KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS ELEKTROS IR ELEKTRONIKOS FAKULTETAS ELEKTRONIKOS INŽINERIJOS KATEDRA

PROTONŲ PRECESIJOS MAGNETOMETRAS

Baigiamasis magistro projektas Elektronikos inžinerija (621H61002)

Vadovas prof. dr. Darius Gailius

Recenzentas Doc. dr. Elena Jasiūnienė

Projektą atliko Raimondas Jonkus



KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS

Elektros ir elektronikos fakultetas	
(Fakultetas)	
Raimondas Jonkus	
(Studento vardas, pavardė)	
Elektronikos inžinerija, 621H61002	
(Studijų programos pavadinimas, kodas)	

Baigiamojo projekto "Protonų precesijos magnetometras" AKADEMINIO SĄŽININGUMO DEKLARACIJA

20 ____ m. ____ d. Kaunas

Patvirtinu, kad mano **Raimondo Jonkaus** baigiamasis projektas tema "Protonų precesijos magnetometras" yra parašytas visiškai savarankiškai, o visi pateikti duomenys ar tyrimų rezultatai yra teisingi ir gauti sąžiningai. Šiame darbe nei viena dalis nėra plagijuota nuo jokių spausdintinių ar internetinių šaltinių, visos kitų šaltinių tiesioginės ir netiesioginės citatos nurodytos literatūros nuorodose. Įstatymų nenumatytų piniginių sumų už šį darbą niekam nesu mokėjęs.

Aš suprantu, kad išaiškėjus nesąžiningumo faktui, man bus taikomos nuobaudos, remiantis Kauno technologijos universitete galiojančia tvarka.

(vardą ir pavardę įrašyti ranka)

(parašas)

Jonkus, R. Protonų precesijos magnetometras. Elektronikos inžinerijos magistro baigiamasis projektas / vadovas prof. dr. Darius Gailius; Kauno technologijos universitetas, Elektros ir elektronikos fakultetas, elektronikos inžinerijos katedra.

Kaunas, 2016. 54 psl.

SANTRAUKA

Darbo tikslas – ištirti protonų precesijos reiškinio pritaikomumą Žemės magnetinio lauko matavimams. Suprojektuoti ir pagaminti du protonų precesijos magnetometrai kurių magnetinio lauko matavimo diapazonas nuo 40 μ T iki 60 μ T. Schemotechnikoje naudojamas priešstiprintuvis SSM2019, kurio vidinių triukšmų tankis nuo 100 Hz neviršija 1 nV/\sqrt{Hz} . Šiuo priešstiprintuviu signalas stiprinamas 60 dB. Papildomam stiprinimui naudojamos trys pakopos TL072 operacinių stiprintuvų sujungtų kaskadiškai. Naudojamas 6-os eilės aktyvinis Čebyševo juostinis filtras, kurio centrinis dažnis 2,1 kHz.. Signalui priimti iš stiprintuvo naudojama "THX SOUND SB1095" garso plokštė, o apdoroti "MATLAB" programine įranga. Naudojant poliarizavimo srovę 3 sekundes (3,5 A) pavyko gauti prietaiso matavimo neapibrėžtį 5,4 nT nenaudojant skaitmeninio filtro , o su skaitmeniniu filtru sumažinti iki 1,3 nT. Eksperimentiniais tyrimas nustatytas minimalus veikliosios medžiagos tūris 2 ml. Atlikti trijų parų trukmės Žemės magnetinio lauko matavimai kurie buvo palyginti kitų šalių geomagnetinėmis observatorijomis. Išlaikant statines magnetinio lauko savybes prietaisas tinkamas naudoti medžiagų identifikavimui pagal sukinio-sukinio relaksacijos slopimo konstantą.

Reikšminiai žodžiai: protonų precesijos magnetometras; PPM; Žemės magnetinis laukas; skaliarinis magnetometras.

Jonkus, Raimondas. Proton precession magnetometer. Final project of Electronics Engeering Master's degree in supervisor prof. dr. Darius Gailius; Kaunas University of Technology, Faculty of Electrical and Electronics Engineering, department of electronics engineering.

Kaunas, 2016. 54 psl.

SUMMARY

This work object to research possibility of earth magnetic field measurements using proton precession. Designed and made two proton precession magnetometers which magnetic field measurement diapason is 40 μ T - 60 μ T. In the schematic is used preamplifier SSM2019 which noise density from 100Hz is under 1 nV/ \sqrt{Hz} . Preamplifiers amplification coefficient is 60dB. In the project also was used 6 th order Cebychev band pass filter with center frequency of 2,1 kHz. To get signals from amplifier was used "THX SOUND SB1095" sound card. Data processing was done with "MATLAB" software. Using 3 second polarized current bursts (3,5A) was achieved 5,4nT device uncertainty, without any digital filtering. With filtering device uncertainty was reduced to 1,3nT Using experiments was determinated minimal quantity of active substance. The magnetic field was measured, measurements data compare with others countries geomagnetic observatory data. Device is suitable to detect materials according the spin-spin relaxation decay constant, when statically magnetic field properties are maintained.

Keywords: proton precesion magnetometer; PPM; Earth magnetic field; scalar magnetometer.

TURINYS

SA	NTR	UM	PŲ IR ŽENKLŲ AIŠKINIMO ŽODYNAS
ĮV	ADA	S	
1.	MA	GNI	ETINIO LAUKO MATAVIMAS11
	1.1	Ma	gnetinio lauko jutikliai11
	1.1.	1	Holo efektas
	1.1.	2	Indukcinė ritė12
	1.1.	3	"Flux-gate"13
	1.1.	4	SQUID13
	1.2	Ska	liariniai magnetometrai14
	1.2.	1	Optinio sužadinimo magnetometras14
	1.2.	2	Overhauserio magnetomteras
	1.2.	3	Impulsinio sužadinimo magnetometras15
2.	PRO	ото	NŲ PRECESIJA16
4	2.1	Imp	pulsinio sužadinimo PPM19
4	2.2	Suk	cinio aido metodas
4	2.3	Ove	erhauserio efektas
3.	PA	GRI	NDINIAI PROTONŲ PRECESIJOS MAGNETOMETRO VEIKIMO PRINCIPAI.24
	3.1	Juti	kliai24
	3.2	Pol	iarizacija26
	3.3	Stip	printuvas27
	3.4	Vei	klioji medžiaga27
	3.5	Daž	źnio nustatymas
	3.5.	1	CZT transformacija
	3.5.	2	Kirtimas per nulį
	3.6	Api	bendrinimas
4.	PPN	A PR	ROEJEKTAVIMAS IR EKSPERIMENTŲ REZULTATAI
4	4.1	PPI	M su atskira magnetinimo apvija

	4.2	PPM naudojant tą pačia apviją magnetinimui ir signalo priėmimui	36
	4.3	PPM charakteristikų matavimas	42
	4.4	Žemės magnetinio lauko tyrimai	47
5	. IŠV	ADOS	51
6	. LIT	ERATŪROS ŠALTINIAI	52
7	PRI	IEDAI	55
	Priede	as 1 Stovo 3D vaizdas	55
	Priede	as 2 Stovas	55
	Priede	as 3 Matavimo vieta 1	56
	Priede	as 4 Matavimo vieta 2	56
	Pried	as 5 Principinė schema 4.1 skyriui	57
	Pried	as 6 Surinktos plokštės paveikslas 4.1 skyriui	58
	Pried	as 7 Surinktos plokštės paveikslas 4.2 skyriui	58
	Priede	as 8 Principinė schema 4.2 skyriui	59
	Priede	as 9 Protonų precesijos signalo įrašas	60
	Priede	as 10 Protonų precesijos signalo įrašas filtruotas skaitmeniniu filtru	60
	Priede	as 11 4.1 skyriuje naudotų ričių dažninė ir fazinė charakteristika	61
	Priede	as 12 Pagamintas PPM	61
	Priede	as 13 Technoramos sertifikatas	62

SANTRUMPŲ IR ŽENKLŲ AIŠKINIMO ŽODYNAS

Precesija – kietojo kūno sukimosi ašies judėjimas, kurio metu ašis brėžia erdvėje apskritą kūginį paviršių.

Skaliarinis magnetometras – magnetometras matuojantis magnetinio lauko vektoriaus dydį. Vektorinis magnetometras – magnetometras matuojantis vieną ar daugiau atskirų magnetinio lauko vektoriaus komponenčių.

PPM	Protonų precesijos magnetometras (angl. proton precession magnetometer)
BMR	Branduolių magnetinis rezonansas (angl. nuclear magnetic resonanse)
NOE	Branduolių Overhauserio efektas (angl. nuclear overhauser effect)
SNR	Signalas triukšmas santykis (angl. signal noise ratio)
AKK	Analogas kodas keitiklis (angl. analog digital converter)
FID	Relaksacija (angl. free induction decay)
SQUID	(angl. superconducting quantum interference device)
T_1	sukinio-tinklelio relaksacijos laikas (angl. spin-lattice relaxation time)
T_2	sukinio-sukinio relaksacijos laikas (angl. spin-spin relaxation time)
T_E	Aido laikas (angl. echo time)
FID	Relaksacija (angl. free induction decay)
FFT	Greitoji Furje transformacija (angl. Fast Fourier transform)
DFT	Diskretinė Furje transformacija (angl. Discrete Fourier transform)
CZT	Čirpsnio Furje transformacija (angl. Chirp Z-transform)'

ĮVADAS

Protonų precesijos magnetometras – tai prietaisas, skirtas matuoti Žemės magnetinį lauko stiprį su ypač didele skyra. Šiuo prietaisu galima stebėti laike kintančius geomagnetinio lauko pokyčius, kurie gali būti įtakoti Žemės branduolyje vykstančių procesų ar Saulės sukelto jonizuotų dalelių srauto fluktuacijų. Tokių procesų sukelti magnetinio lauko indukcijos pokyčiai įprastai būna iki šimto nT. Protonų precesijos magnetometras tinkamas naudingų iškasenų paieškai, tam tikrų požeminių konstrukcijų paieškai ar identifikavimui, gruntinio vandens paieškai, archeologijai ar mažesnio tikslumo magnetometrų kalibravimui. Šį prietaisą patalpinus į žinomo stiprumo pastovų magnetinį lauką galima naudoti kaip branduolių magnetinio rezonanso (BMR) spektroskopą, kuris gali būti naudojamas medžiagų BMR spektroskopijai (medžiagų identifikavimui).

Protonų precesijos magnetometro (PPM) veikimas pagrįstas BMR reiškiniu. Šiuo principu veikiantys magnetometrai pasižymi itin dideliu matavimo tikslumu. Toks magnetometras matuoja išorinio magnetinio lauko skaliarinį dydį, dėl to rezultatai nepriklauso nuo matuojamo magnetinio lauko vektoriaus krypties. PPM didelį tikslumą lemia tai, kad nuo išorinio magnetinio lauko stiprio kinta protonų precesijos rezonansinis dažnis, kurio santykis susietas su fundamentalia giromagnetine fizikine konstanta, todėl šiam prietaisui nereikalingas sudėtingas kalibravimas. Lyginant su kitų parametrų matavimo galimybėmis, dažnį galima labai tiksliai išmatuoti.

Nuo jutiklio parametrų priklauso gaunamas naudingo signalo dydis, kuris įprastai siekia vos kelis µV. Dėl mažos naudingo signalo amplitudės reikalingas itin žematriukšmis siaurajuostis stiprintuvas. Naudingo signalo amplitudė yra proporcinga veikliosios medžiagos tūriui, tačiau didėjant tūriui didėja magnetinių laukų gradientų įtaka. Tokio tipo prietaisuose nenaudojamos feromagnetinės medžiagos, kurios galėtų iškreipti magnetinį lauką, ir taip įtakotų matavimų rezultatus. Patalpose, kuriose yra gelžbetonio konstrukcijos arba netoli esančios magnetinės medžiagos PPM neveikia dėl didelių magnetinių lauko gradientų. Kad prietaisas veiktų tinkamai, reikia užtikrinti tolygų magnetinį lauką visame veikliosios medžiagos tūryje.

Darbo tikslas ir uždaviniai

Ištirti protonų precesijos reiškinio pritaikomumą Žemės magnetinio lauko matavimams. Šiam tikslui įgyvendinti iškelti šie uždaviniai:

- Suprojektuoti ir pagaminti protonų precesijos magnetometrą;
- Ištirti pagaminto protonų precesijos magnetometro charakteristikas;
- Išmatuoti Žemės magnetinio lauko kitimą ir gautus rezultatus palyginti su kitų šalių geomagnetinių observatorijų rezultatais.

Įrenginys buvo pristatytas 2016 metų gegužės 19 dieną "Technorama'16".

1. MAGNETINIO LAUKO MATAVIMAS

Magnetinio lauko linijas ir magnetinį lauką pirmą kartą nagrinėjo Maiklas Faradėjus (angl. *Michael Faraday*), o vėliau Džeimsas Klerkas Maksvelas (angl. *James Clerk Maxwell*). Abu šie anglų mokslininkai padarė daug atradimų elektromagnetizmo srityje. Šiame skyriuje bus trumpai aptariami magnetinio lauko matavimo būdai, bei matavimo jutiklių charakteristikos.

1.1 Magnetinio lauko jutikliai

Magnetinio lauko jutikliai gali būti klasifikuojami pagal jų jautrumą. Silpnas magnetinis laukas laikomas iki 1mT [1], [2]. Jutikliai taip pat skirstomi priklausomai pagal matavimo tipą – skaliarinį arba vektorinį (žr. *2.1 pav.*). Šiame skyriuje bus trumpai aptariami populiariausi magnetinio lauko matavimo būdai.



1.1 pav. Magnetinio lauko jutiklių skirstymas pagal matavimo stiprumo diapazoną [2]

Pateikiama 2.1 lentelėje pagrindinės magnetinio lauko matavimo jutiklių charakteristikos.

	Matavimo	Skiriamoji	Juostos	Komentaras
	diapazonas	geba	plotis	
	(mT)	(nT)	Hz	
Indukcinė ritė	$10^{-10} - 10^{6}$	Kintamas	$10^{-1} - 10^{6}$	Negali matuoti statinio lauko
"Flux – gate"	$10^{-4} - 0,5$	0.1	$0-10^{3}$	Bendros paskirties vektorinis
				magnetometras
"SQUID"	$10^{-9} - 0,1$	10-4	0-5	Didžiausią jautrumą turintis
				vektorinis magnetometras
Halo efektas	$0,1-10^4$	100	$0 - 10^{8}$	Geriausias matuojant apie 1T
				laukus
Magnetorezistyvinis	$10^{-3}-5$	30	$0 - 10^{7}$	Taikomas vidutinio stiprumo
				laukams
Protonų precesija	0,02 - 0,1	0,05	0 - 2	Bendros paskirties skaliarinis
				magnetometras
Optinio sužadinimo	0,01 - 0,1	0,005	0 - 5	Didžiausią jautrumą turintis
				skaliarinis magnetometras

2.1 Lentelė Magnetinio lauko jutiklių charakteristikos [3]

1.1.1 Holo efektas

Holo efektas turbūt labiausiai žinomas ir plačiausiai naudojamas jutiklis, kuris skirtas matuoti stiprius magnetinius laukus apie 1 T. Matavimo diapazonas nuo 0,1 mT iki 3 T, juostos plotis – nuo statinio magnetinio lauko iki 100 MHz, matavimo skiriamoji geba – iki 100 nT [2].

Holo jutiklis sudarytas iš plokščio stačiakampio laidininko ar puslaidininkio su dviem poromis elektrodų stačiu kampu. Holo efektas pagrįstas Lorenco jėgos dėsniu. Holo efekto jutiklių panaudojimas yra labai platus – nuo naudojimo mobiliuose įrenginiuose iki automobilių.

1.1.2 Indukcinė ritė

Indukcinė ritė yra vienas paprasčiausių magnetinių lauko jutiklių. Indukcinės ritės naudojamos metalo ieškiklių gamyboje. Jos veikimas paremtas Faradėjaus dėsniu: jei kilpos skerspjūvio plote yra veikiamas kintamas magnetinis srautas φ, bus suindukuojama įtampa kuri yra proporcinga srauto pokyčiui.

$$u(t) = -\frac{d\varphi}{dt} \tag{2.1}$$

Magnetinės indukcijos vektoriaus \vec{B} pokyčio ir kilpos skerspjūvio ploto \vec{S} sandauga yra lygi neigiamai momentinei įtampai U(t):

$$U(t) = -\frac{d(\vec{B} \cdot \vec{S})}{dt}$$
(2.2)

Toks magnetometras leidžia aptikti tik kintamą magnetinį lauką. Matavimo diapazonas nuo 0,1 pT iki 1000 T, juosta – nuo 0,1 Hz iki 1 MHz. [2]

1.1.3 "Flux-gate"

"Flux-gate" magnetometras – tai tvirtas, fiziškai mažas ir suvartojantis mažai energijos. Šiuo metodu galima matuoti vektorinį magnetinį lauką nuo 0,1 nT iki 1 mT. Galima matuoti tiek statinį magnetinį lauką, tiek kintamą (iki kelių kHz). Šis prietaisas naudojamas geofizikoje, geomagnetinių laukų matavimams ir palydoviniuose prietaisuose orientacijos nustatymui kosmoso sąlygomis.

"Flux-gate" magnetometras konvertuoja magnetinį lauką į elektros įtampą. Šio tipo magnetometrai būna skirtingų konfigūracijų, viena iš jų pateikta žemiau (žr. *1.2 pav.*). "Flux-gate" magnetometruose dažniausiai naudojama žiedinė šerdis, pagaminta iš plonos feromagnetinės juostelės (permalojaus).



1.1 pav. Flux-gate" magnetometro schema [2]

1.1.4 SQUID

SQUID magnetometras sudarytas iš dviejų superlaidžių plokštelių (įprastai naudojamas niobis), atskirtų plonu aliuminio oksido izoliaciniu sluoksniu. Izoliacinio sluoksnio yra apie 1 nm. Matavimo metu jutiklio temperatūrą reikalinga palaikyti žemesnę nei 4.2K (-269C). SQUID magnetometrai naudojami biomedicinos tyrimams bei lėtai kintantiems iki kelių hercų ar statiniams magnetiniams laukams matuoti. Šio tipo magnetometrai yra vektoriniai ir pasižymi didžiausia skyra. Skyra siekia net 0,1 pT. Didžiausias šių magnetometrų trūkumas – reikia palaikyti itin žemą temperatūrą [2].



1.4 pav. a) Džozefsono sandūra, kuri sudaryta iš superlaidininkų tarp kurių yra plonas izoliacinis sluoksnis b) Įtampos priklausomybė nuo srovės [2]

1.2 Skaliariniai magnetometrai

Skaliariniai magnetometrais matuojamas magnetinio lauko vektoriaus dydis, panaudojant atomines dalelių savybes. Šie matavimo būdai remiasi Zėmano efektu [4]. Du plačiausiai naudojami skaliarinių magnetometrų tipai yra: optinio sužadinimo ir protonų precesijos. Savo ruožtu protonų precesijos būdas yra skirstomas į impulsinio sužadinimo ir Overhauserio efekto magnetometrus. Šie matavimo būdai yra itin jautrūs ir didelio tikslumo. Jų privalumas yra ir tas, kad jie nėra labai jautrūs matuojamo magnetinio lauko vektoriaus krypčiai. Abu matavimo būdai reikalauja tolygaus magnetinio lauko matavimo tūryje. Tinkami matuoti tik lėtai kintančius arba statinius magnetinius laukus.

1.2.1 Optinio sužadinimo magnetometras

Optinio sužadinimo magnetometruose naudojami šarminių metalų garai (Rb, Cs, K). Sužadinimo spindulys, veikdamas atomus keičia magnetinių sukinių pusiausvyros sąlygas, kurios yra nusakomos Bolemano lygties. Sužadinimo metu keičiasi medžiagos skaidrumas arba absorbeija. Todėl moduliuojant šviesą ir matuojant absorbeiją, galima spręsti apie atominius sukinius, nustatyti jų rezonansinį dažnį. Tokie magnetometrai konstrukciškai gali būti gaminami arba mažų gabaritų, arba didesnio tikslumo. Jų matavimo sparta yra didelė, bet lyginant su impulsinio sužadinimo magnetometrais jie turi metodo paklaidą, dėl kurios panašius įrenginius gali reikėti kalibruoti [2].

1.2.2 Overhauserio magnetomteras

Šiuose magnetometruose naudojama veiklioji medžiaga, turinti daug laisvųjų radikalų, kaip pvz. nitroksidas (2,2,6,6-tetrametlipiperidin-1-oksilas NO[•] radikalas) [5] [6]. Ši medžiaga naudojama dėl santykinai didelio turimo pusamžiaus (atliekant matavimus apie 10 minučių) [7], [30]. Pasinaudojant branduolių-elektronų precesijos sąryšiu, sumažinama reikalinga energija

protonams poliarizuoti. Lyginant su impulsinio sužadinimo metodu, šis įrenginys yra mažesnių gabaritų, pasižymintis didesne matavimo sparta.

1.2.3 Impulsinio sužadinimo magnetometras

Impulsinio sužadinimo metodas naudojamas statinių ar itin lėtai kintančių magnetinių laukų matavimui. Dažniausiai naudojamas geomagnetinių laukų pokyčių tyrimui, Saulės magnetinių audrų, Žemės branduolyje vykstančių procesų stebėjimui. Protonų precesijos magnetometras tinkamas naudingų iškasenų paieškai, tam tikrų požeminių konstrukcijų paieškai ar identifikavimui, gruntinio vandens paieškai, archeologijai. Dažniausiai naudojamas darbinis atomas vandenilis ¹H nes jis turi didžiausią precesijos dažnį kuris yra lygus 42,58MHz/T. Didelį šio metodo tikslumą lemia tai, kad magnetinio lauko stiprumo vertė yra pakeičiama į dažninį signalą, kurį galima, labai tiksliai išmatuoti. Didžiausi šio metodo trūkumai: dideli jutiklio gabaritai, matavimo sparta iki 1Hz, jautrumas magnetinio lauko gradientams. Detaliau šis metodas aptariamas 2 skyriuje.

2. PROTONŲ PRECESIJA

Atomo sukininio momentas apskaičiuojamas:

$$P = \sqrt{I(I+1)} \cdot h \tag{2.1}$$

Čia P –sukinio momentas, I – sukinio kvantinis skaičius, h – Planko konstanta kuri lygi 6.626 \cdot 10⁻³⁴ J \cdot s.

Jei branduolys turi lyginį skaičių protonų ir neutronų tokiu atveju branduolys magnetinio momento neturi, sukinio kvantinis skaičius bus lygus 0. Magnetinio momento neturinčias molekules/atomus MBR metodais užfiksuoti nepavyks. Dėl skirtingų protonų ir neutronų kiekio magnetiniai sukiniai skiriasi, yra galimi sukiniai nuo 0 iki 6 [8]. Plačiausiai išnagrinėti branduoliai yra turintys $I = \frac{1}{2}$ sukinį. Tokį sukinį turinčio protono momentas yra – 5.27 × $10^{-35} \frac{kg \cdot m^2}{s}$, bei magnetinis momentas lygus $1.41 \times 10^{-26} A \cdot m^2$.

Branduolys	Nesuporuoti protonai	Nesuporuoti neutronai	Sukinio kvantinis skaičius	γ (MHz/T)	Santykinis jautrumas
¹ H	1	0	1/2	42.58	1,00
² H	1	1	1	6.54	9,65 · 10 ⁻³
³¹ P	1	0	1/2	17.25	$6,63 \cdot 10^{-2}$
²³ Na	1	2	3/2	11.27	9,25 · 10 ⁻²
¹⁴ N	1	1	1	3.08	1,01 · 10 ⁻³
¹³ C	0	1	1/2	10.71	$1,59 \cdot 10^{-2}$
¹⁹ F	1	0	1/2	40.08	0,83

2.1 Lentelė Dažniausiai naudojami elementai protonų precesijoje [8], [9], [10].

Iš pateiktų duomenų (žr. 2.1 lentelė) didžiausiu jautrumu pasižymi atomai turintys sukinį I=1/2. Galima pastebėti, kad didžiausią jautrumą ir didžiausią precesijos dažnį turi ¹H branduolys. Dėl šios priežasties PPM darbinis atomas naudojamas ¹H, retais atvejais naudojamas ¹⁹F.

Jei protono sukinio ašis brėžia erdvėje apskritą kūginį paviršių, toks reiškinys vadinamas precesija. Matematinis protonų precesijos modelis pateiktas (žr. 2.1 pav.).



2.1 pav. Protonų precesijos matematinis modelis [11]

Kampinį momentą ir magnetinį momentą sieja lygtys:

$$\vec{T} = \vec{\mu}_n \times \vec{B} \tag{2.2}$$

ir

$$\vec{u}_p \times \vec{B} = \vec{\omega}_p \times \vec{L} \tag{2.3}$$

Jei protonas yra veikiamas išorinio magnetinio lauko B, tokiu atveju taip pat bus veikiamas ir magnetinio momento. Kadangi protonas turi savo kampinį momentą, tai sukeltas procesas yra vadinamas Larmoro precesija [3], [12], [13]. Precesijos dažnis priklausys nuo išorinio magnetinio lauko dydžio. Precesijos dažnis apskaičiuojamas pagal Larmoro lygtį:

$$\omega_p = \left(\frac{\overline{\mu_p}}{\vec{L}}\right) B = \gamma_p B \tag{2.4}$$

čia protono giromagnetinis santykis γ_p kuris yra lygus (2.675221900(18) $\cdot 10^8 T^{-1} s^{-1}$ tai viena iš pagrindinių fundamentalių fizikos konstantų. Todėl kampinis momentas \vec{L} ir magnetinis momentas $\vec{\mu_p}$ yra vektoriai iš to paties taško, tos pačios krypties ir yra susiję vienas su kitu pastoviu dydžiu γ_p . Žemiau pateikiama lygtis:

$$\vec{\mu} = \gamma_p \vec{L} \tag{2.5}$$

Jei B=50µT (nominali žemės magnetinio lauko vertė Lietuvoje), tai precesijos dažnis yra 2130Hz. PPM principas matuoti precesijos dažnį. Pagal Larmoro lygtį galima apskaičiuoti magnetinio lauko stiprumą.

$$B = \frac{2\pi}{\gamma_p} f_p = 23.4872 f_p \tag{2.6}$$

Čia: f_p precesijos dažnis [Hz], B magnetinis laukas [nT], γ_p – giromagnetinė konstanta.

Iš aukščiau pateiktos lygties galima pastebėti tai, kad 1 Hz skirtumas atitinka šiek tiek daugiau nei 23nT. Norint, kad sistema matuotų 1nT rezoliucija dažnis turi būti skiriamas ~ 0.05 Hz.

Cheminis poslinkis BMR susidaro, kai elektroninis branduolių ekranavimas skirtingas ir priklauso nuo jų padėties molekulėje. Pastoviame magnetiniame lauke elektronai skrieja (precesuoja), juda apskritimu aplink ašį, einančią per atomo branduolio centrą ir lygiagrečiai B₀. Tuo metu susidaro antrinis magnetinis laukas B₁, esantis arti branduolio ir turintis priešingą laukui B₀ kryptį [32].

$$B_1 = -\sigma B_0 \tag{2.7}$$

Čia σ – ekranavimo konstanta.

Magnetinio lauko B₁ stipris proporcingas elektronų srovei, susidarančiai aplink branduolį. Šio magnetinio lauko B₁ dydis nepriklauso nuo temperatūros, nes jo krypties reikšmė priklauso tik nuo išorinio magnetinio lauko B₀.[32]

Siekiant panaikinti priklausomybę nuo BMR spektrometro darbinio dažnio, poslinkis išreikštas Hz, yra dalijamas iš aparato darbinio dažnio ir gaunamas santykinis dydis. Cheminio poslinkiai atidedami δ skalėje ir matuojami milijoninėmis dalimis (angl. *parts per million ppm*), nes jie yra labai maži lyginant su darbiniu dažniu.

$$\delta = \frac{B_0 - B_1}{B_0} \cdot 10^6 \tag{2.8}$$

Poslinkis yra bedimensis dydis ir poslinkių intervalas daugelio junginių ¹H BMR spektruose apima 15 m.d. sritį[14], [32] (žr. 2.2 pav.).



2.2 pav. Cheminio poslinkio ¹H priklausomybė nuo junginių klasės [31] (R raide žymimas radikalas)

BMR spektroskopijoje tetrametilsilanas (formulė Si(CH₃)₄) yra priimtas kaip cheminio poslinkio matavimo standartas ¹H, ¹³C ir ²⁹Si atomams. Nes visi branduoliai esantys šioje molekulėje neturi cheminio poslinkio ($\delta = 0$). Dėl šios priežasties šių atomų cheminiai poslinkiai yra nustatomi lyginant su tetrametilsilanu [36].

Junginyje kuriame yra deguonies arba azoto atomų ¹H protonas turi labai kintamus cheminius poslinkius, kurie priklauso nuo koncentracijos, temperatūros ir t.t [31]. Pagal pateiktą 2.2 pav. didžiausią cheminį poslinkį turi karboksi junginių klasė, šiek tiek mažiau – aldehidai. Vandens cheminį poslinkį labiausiai lemia ištirpęs deguonis, kuris ne tik didina cheminį poslinkį, bet ir mažina relaksacijos trukmę [31]. Cheminis poslinkis turi mažą įtaką Žemės magnetinime lauke atliekamiems matavimams, pvz. vandens cheminis poslinkis yra 5.6 m.d., o metanolio – 3,6 m.d [36]. gaunamas skirtumas 2 m.d, dažnio pokytis bus nuo 50 000 nT magnetinio lauko vos 0,1 nT.

2.1 Impulsinio sužadinimo PPM

Vienas iš metodų yra naudoti impulsinį sužadinimą statmenai esamam magnetinio lauko vektoriui B_e.

$$M(t) = M_0 \left(1 - e^{-\frac{t}{T_1}} \right)$$
(2.9)

čia T₁ – sukinio-tinklelio relaksacijos laikas

Poliarizacijos pusiausvyra grindžiama termodinaminias dėsniais:

$$\frac{n_p}{n_a} = e^{\frac{2\mu_p H_a}{kT}} \tag{2.10}$$

Čia n_p – precesijos sukinių skaičius lygiagretus H_a , n_a – precesijos sukininių skaičius ne lygiagretus H_a , k – Bolcmano konstanta, T – absoliuti temperatūra.

Jei n yra magnetinių momentų skaičius per tūrio vienetą tai:

$$n = n_p + n_a = n_a \left(1 + e^{\frac{2\mu_p H_a}{kT}} \right)$$
 (2.11)

ir

$$M_0 = \left(n_p - n_a\right)\mu_p \approx \frac{n\mu_p^2 H_a}{kT}$$
(2.12)

Žemiau pateikiama impulsinio sužadinimo struktūra (žr. 2.3 pav.)



2.3 pav. Impulsinio sužadinimo eiga [15]

PPM prietaisuose naudojamas poliarizavimo laukas įprastai yra nuo kelių mT iki keliasdešimt mT [16], poliarizavimo srovė teka apie kelias sekundes. Protonų relaksacijos (angl. *free induction decay*) gaubtinės slopimo dėsnis aprašomas [15]:

$$s(t) = e^{\frac{-t}{T_2}}$$
(2.13)

Signalas yra eksponentiškai slopstantis įprastai matomas apie kelias sekundes, T₂ dydis yra priklausomas nuo magnetinio lauko tolygumo, stiprumo ir veikliosios medžiagos savybių [12].

2.2 Sukinio aido metodas

Sukinio aido (angl. *spin-echo*) metodas naudojamas po veikliosios medžiagos impulsinio sužadinimo, nes PPM skirtuose matuoti magnetinį lauką su dideliais gradientais, protonai precesuoja skirtingu dažniu [16]–[19]. Siekiant panaikinti tarp protonų esantį fazinį protonų precesijos poslinkį, taikomas sukinio aido metodas, kai protonų precesijos kryptis trumpu poliarizacijos impulsu yra apverčiama 180° kampu. Apsukus protonų precesijos kryptį, protonai grįžta į pradinę poliarizacijos padėtį vienu momentu (žr. 2.4 pav.). Toks reiškinys vadinamas sukinio aidu (angl. *spin-echo*).



2.4 pav. sukinio aido eiga [36]

Tokį reiškinį kartoti galima neribotą kiekį, tačiau sukinio-aido amplitudė slopsta pagal T₂ slopimo konstantos priklausomybę. Esant dideliam veikliosios medžiagos tūriui ir aukštam SNR sukinio aido metodą galima naudoti net iki 30 s [19].



2.5 pav. sukinio aido amplitudės slopimas nuo T2 konstantos [4]

2.3 Overhauserio efektas

Overhauserio (angl. *Overhauser*) efektas grindžiamas tais pačiais branduoliniais fizikiniais reiškiniais, nors tai – sudėtingesnis metodas, lyginant su impulsinio sužadinimo metodu. Šis metodas buvo atrastas siekiant gauti tapačią skiriamąją gebą naudojant mažesnius jutiklius bei suvartojant mažiau energijos. Toks būdas yra unikalus nes galima matavimus atlikti nuolatos, nenutraukiant poliarizacijos srovės matavimo metu. Overhauserio efekto reiškinys, pasižymintis elektronų-protonų porose, sukelia protonų precesiją [6]. Šio tipo magnetometruose reikalinga veiklioji medžiaga, turinti daug laisvųjų radikalų, nes juos naudoja kaip laisvųjų elektronų šaltinį. Overhauser metodas nereikalauja sužadinti veikliosios medžiagos stipriu magnetiniu lauku, kaip įprasta impulsinio sužadinimo metode. Jam reikalingas nedidelio galingumo radijo dažnio signalas, kuris sužadina protonų precesiją sukeliančius elektronus[20].

Kai du sukiniai I (protonų) ir S (elektronų) yra dipolio pora statiniame magnetiniame lauke B0, jų sąveika gali būti apibūdinamas Hamiltonianų H[21], [38] (energijos operatorius angl. *Hamiltonian*):

$$H = -\gamma_{S}\hbar(\vec{S}\cdot\vec{B}_{0}) - \gamma_{I}\hbar(\vec{I}\cdot\vec{B}_{0}) - \gamma_{S}\gamma_{S}\hbar^{2}\left(\frac{3(\vec{I}\cdot\hat{r})(\vec{I}\cdot\hat{r})}{r^{3}} - \frac{\vec{I}\cdot\vec{S}}{r^{3}}\right)$$
(2.14)

Čia \hbar – redukuota Planko konstanta, γ_s – elektrono sukinio giromagnetinė konstanta 28,0246GHz/T, γ_I – protono sukinio giromagnetinė konstanta, r – atstumas tarp sukinių.

Kai S sukinio kvantinis skaičius yra I=1/2 yra galimos 4 energetinės vertės.



2.6 pav. a) dalyje pažymėta keturių energijos lygių schema susieta elektronų (S) ir protonų (I) struktūros. b) dalyje pažymėta nitroksido radikalas ir veiklioji dalelė vanduo (H₂O) [21].

Išreiškiama pagal Bloch lygtis:

$$\frac{d\langle I_z \rangle}{dt} = -(w_0 + 2w_1 + w_2 + 2w^0)(\langle I_z \rangle - I_0) - (w_2 - w_0)(\langle S_z \rangle - S_0)$$

$$\frac{d\langle S_z \rangle}{dt} = -(w_2 - w_0)(\langle I_z \rangle - I_0) - (w_0 + 2p + w_2)(\langle S_z \rangle - S_0)$$
(2.15)

čia I_0 ir S_0 yra I ir S sukinių įmagnetinimo pusiausvyra kai nėra dipolio pora.

Kai vyksta poliarizuotų S sukinių relaksacija mikrobangų srityje, kai elektronų sukinių pokytis yra $\langle S_z \rangle$ ir esant pastoviai $\langle I_z \rangle/dt=0$, tai poliarizavimas I sukinių $\langle I_z \rangle$ gali būti išspręsta iš $\langle I_z \rangle/dt$:

$$\langle I_z \rangle = I_0 + \frac{w_2 w_0}{w^t} (S_0 - \langle S_z \rangle)$$

= $I \left(1 + \frac{w_2 w_0}{w_0 2 w_1 w_2} \cdot \frac{w_0 2 w_1 w_2}{w^t} \cdot \frac{S_0 \langle S_z \rangle}{S_0} \cdot \frac{S_0}{I_0} \right),$ (2.16)

čia w^t=1/T1= w_0 +2 w_1 + w_2 + 2 w^0 bendras relaksacijos laikas yra apibrėžiamas atvirkštine sukinio-tinklelio relaksacijos laiku. Šią išraišką galima supaprastinti.

$$\langle I_z \rangle = I_0 \left(1 - \zeta f s \frac{\gamma_s}{\gamma_I} \right)$$

čia ζ – poros faktorius, f – nuotekio faktorius, ir s – isisotinimo faktorius.

3. PAGRINDINIAI PROTONŲ PRECESIJOS MAGNETOMETRO VEIKIMO PRINCIPAI

PPM veikimas turi dvi pagrindines dalis. Viena iš jų yra poliarizacijos būsena, kurioje veiklioji medžiaga yra veikiama stipraus magnetinio lauko, siekiant "susukti" protonus viena kryptimi. Antra dalis yra precesijos signalo priėmimas ir dažnio matavimas tam, kad nustatyti išorinį magnetinį lauką. Dažniausiai abu metodai yra atliekamai naudojant tą pačią apviją, tiek kaip poliarizacijos elektromagnetą, tiek ir kaip precesijos jutiklį. Valdymo dalis yra skirta sistemai perjungti iš vieno rėžimo į kitą.



3.1 pav. PPM struktūrinė schema [4]

3.1 Jutikliai

Protonų precesijos signalo priėmimas išsiskiria tuo, kad signalas yra labai silpnas, nykstantis laike ir stipriai įtakojamas magnetinio lauko netolygumų. Signalo priėmimui dažniausiai yra naudojamas solenoidas arba toroidas. Aukštos klasės PPM jutiklių gamyboje naudojama aliuminio viela. Tokio tipo jutiklis gerokai lengvesnis nei padarytas iš vario vielos. Be to, vario vieloje neretai pasitaiko feromagnetinių metalo priemaišų [4], o tai gali paveikti matavimo tikslumą jei šių priemaišų santykis yra didelis. Aliuminio vieloje feromagnetinių metalo priemaišų pasitaiko itin retai. Deja, aliuminio lakuotą vielą yra kur kas sunkiau įsigyti bei yra sunku sulituoti. Gaminant jutiklį, jo vidus turi būti tuščiaviduris, nes ten talpinama veiklioji medžiaga. Naudingo signalo amplitudė priklausys ne tik nuo jutiklio jautrumo, bet ir nuo veikliosios medžiagos kiekio. Protonų skaičių tam tikrame tūryje galima suskaičiuoti pagal formulę:

$$N = \frac{m\rho V}{1,68 \cdot 10^{-24} M}$$
(3.1)

Čia ρ – skysčio tankis [kg/m³], M – molekulinė masė, m – vandenilio ¹H atomų skaičius molekulėje, V – tūris [dm³].

İ

Pagal šią išraišką viename litre vandens vandenilio ¹H atomų (ρ =1000, M=18, m=2) yra 6,65 · 10²⁵,tačiau precesuos ne visi. Aktyvių vandenilio ¹H protonų skaičių galima apskaičiuoti pagal formulę:

$$M \approx N\mu \left(\frac{\mu B_p}{kT}\right) \tag{3.2}$$

Čia k – Bolcmano konstanta, B_p – poliarizavimo stipris, T – absoliutinė temperatūra. Dėl šios priežasties svarbu ne tik signalo jutiklio jautrumas, bet ir poliarizavimo stipris.

Solenoido tipo jutiklis dažnai naudojamas PPM dėl savo gamybos paprastumo ir tiesinės priklausomybės nuo vijų skaičiaus. Gauto signalo dydis apskaičiuojamas pagal formulę:

$$e_s = \frac{\chi \omega \mu_0}{\sqrt{2}} \left(\frac{n^2 I_p}{b^2} \right) \eta V_i \sin(\alpha)$$
(3.3)

Čia b – solenoido ilgis, V_i – vidinis tūris, α – kampo skirtumas tarp Žemės magnetinio lauko, η – ritės užpildymo koeficientas, kuris priklauso nuo ritės geometrijos parametrų.

Didžiausias trūkumas tokio tipo jutiklių yra didelis jautrumas išoriniams žemadažniams elektromagnetiniams trikdžiams, iš kurių didžiausią įtaką daro 50 Hz elektros tinklas. Išorinių trikdžių įtaka bus kur kas didesnė už protonų precesijos signalą. Siekiant eliminuoti triukšmus, naudojamas antras identiškas solenoidas, sujungiant apvijas priešinga kryptimi vieną su kitu. Siekiant gauti geresnį poveikį, solenoidai sudedami kuo arčiau vienas kito. Pateikti galimi kombinavimo būdai žemiau (žr. *3.2 pav.*)



3.2 pav. Solenoidų konfigūracija. [22] Žalia spalva pažymėta veikliosios medžiagos talpa, mėlyna – pažymėta vijos, pilka – ritės karkasas.

Pirmu būdu ritės laikomos kuo arčiau viena kitos, suklijuojama ar kitaip stabiliai sutvirtinama. Taip pat svarbu tarp ričių esantis kampas, jos turi būti viena kitai lygiagrečios. Į antrą solenoidą veikliosios talpos dėti nereikia.

Antru būdu solenoidai uždedami ant tos pačios veikliosios talpos tam tikru atstumu, nes suglaudus rites vieną šalia kitos, bus eliminuojamas magnetinis laukas poliarizuojant.

Toroido tipo jutiklis turi daug pranašumų, lyginant su solenoidu. Pagrindinis privalumas yra nejautrumas išoriniams trikdžiams. Tačiau tokį jutiklį kur kas sunkiau pagaminti, reikalingas tuščiaviduris toroidinis žiedas bei toks jutiklis užima kur kas didesnį tūrį, lyginant su solenoido tipo jutikliu.

$$e_s \approx \frac{\omega N (\mu \mu_0 n r)^2 I_p}{2\sqrt{2}kTR}$$
(3.4)

Pagal šią išraišką galima matyti, kad išėjimo įtampa priklauso nuo poliarizuojamos srovės dydžio ir vijų skaičiaus, o taip pat ir nuo toroido geometrijos. Retais atvejais yra naudojamas cilindrinis toroidas.

3.2 Poliarizacija

Poliarizavimo metu protonai yra išrikiuojami poliarizavimo vektoriaus kryptimi (poliarizavimo vektorius negali būti lygiagretus Žemės magnetinio lauko vektoriui, nes tokiu atveju precesijos užfiksuoti nepavyks). Tai yra ilgas procesas, kuris vyksta eksponentiniu dėsniu (2.9) kurio laiko konstanta vadinama sukinio-tinklelio relaksacijos laiku (angl. *spin-lattice relaxation time*) (žymimas T₁).

Pavyzdžiui, vandens T₁ trukmė yra apie 2-3 sekundes, keroseno apie 0,5s [4]. Tai po tokio laikotarpio bus surikiuota tik 63% protonų, o po 4 T₁ konstantų (vanduo apie 10 sekundžių) bus surikiuota 98%. Kuo ilgiau yra poliarizuojama veiklioji medžiaga, tuo arčiau galutinės vertės gaunamas rezultatas, bet energetiškai nėra prasmės poliarizuoti ilgiau nei kelias T₁ konstantas.

Po polirazacijos išjungimo precesijos signalas slopsta eksponentiškai, kurio laiko konstanta vadinama sukinio-sukinio relaksacijos laiku (angl. *spin-spin relaxation time*) (žymimas T₂). T₂ priklauso nuo medžiagos (distiliuotas vanduo apie 2,1 sekundės) [4] bei nuo aplinkoje esančių magnetinio lauko gradientų.

$$M(t) = e^{\frac{-t}{T_2}}$$
(3.5)

Poliarizacijos grandinė idėja paprasta: prie baterijos prijungiamas jutiklis tam tikram laikotarpiui ir išjungiamas, kai stebimas signalas. Didžiausia problema yra tuo metu, kai nuo jutiklio yra atjungiama baterija – tuo akimirksniu nutrūksta poliarizacijos srovė ir sukeliamas neigiamas įtampos šuolis.

$$V_b = -L\frac{dI}{dt} \tag{3.6}$$

Dėl aukšto impulso įtampos šuolio gali būti sugadintas raktas. Jo apsaugai yra naudojamas zenerio diodas. Kadangi relės kontaktas nėra ilgaamžis, patartina poliarizavimo įjungimui ir išjungimui naudoti MOSFET tranzistorių, o perjungimą nuo poliarizavimo prie signalo priėmimo realizuoti per relę. Tuo būdu apsaugomas stiprintuvo įėjimas ir įgyvendinamas patikimas galvaninis atrišimas.

3.3 Stiprintuvas

Stiprintuvas yra vienas svarbiausių PPM komponentų, nes protonų precesijos signalo amplitudė įprastai yra iki kelių μ V. Todėl yra reikalingas stiprinimas virš 100 tūkstančių kartų. Protonų precesijos jutiklis yra indukcinio pobūdžio ir jo aktyvioji varža įprastai yra iki 10 Ω . Dažniausiai lygiagrečiai jutikliui yra jungiamas kondensatorius, kurio paskirtis – suderinti jutiklio rezonansinį dažnį su protonų precesijos dažniu. Dėl šios priežasties itin svarbi jutiklio kokybė Q. Kuo aukštesnė jutiklio kokybė, tuo siauresnė pralaidumo dažnių juosta. Įprastai jutiklio kokybė būna nuo 10 iki 100.

$$\Delta f = \frac{f_r}{Q} \tag{3.7}$$

Čia Δf – juostos plotis [Hz], f_r – rezonansinis dažnis [Hz], Q – kokybė.

Ypatingas dėmesys turi būti skiriamas triukšmų mažinimui. Tam stiprintuvo pirmoji pakopa konstruojama su žematriukšmiu stiprintuvu kurio rožinis triukšmas 1/f (angl. *flicker noise*) nebūtų žymus šiluminių triukšmų atžvilgiu dažniu ruože nuo 1kHz. Svarbu pasirinkti stiprintuvą, kurio triukšmo tankis nebūtų daugiau nei keli nV/\sqrt{Hz} . Reikalingas stiprinimo diapazonas yra apie 2 kHz (50 µT stiprio magnetinio lauko protonų precesijos rezonansinis dažnis yra 2130 Hz). Kadangi žemės magnetinio lauko matavimai vyksta akustiniame diapazone, galima naudoti specializuotus žematriukšmius audio priešstiprintuvius. Siekiant pagerinti SNR bei lengviau signalą išskirti iš triukšmų, būtinas juostinis filtras.

3.4 Veiklioji medžiaga

Veiklioji medžiaga – tai skystis, turintis daug vandenilio ¹H protonų. Dažniausiai naudojamas distiliuotas vanduo (H₂O), bet taip pat tinka ir kitos medžiagos: alkoholiai, alkanai, aromatiniai angliavandeniliai, rūgštys. Dėl medžiagos struktūros skiriasi relaksacijos trukmė, o nuo vandenilio ¹H protonų tankio – amplitudė. Keletas medžiagų pateikta lentelėje:

Medžiaga	Molekulės	¹ H protonų	Tankia a/am ³	¹ H protonų Santykis
	masė	molekulėje	Tankis g/cm	lyginant vandeniu
Benzenas	78	6	876,5	0,607
Metanolis	32	4	791,4	0,890
Etanolis	46	6	789,3	0,927
Izopropanolis	60	8	780,9	0,937

3.1 Lentelė Veikliųjų medžiagų savybės [4]

Vandens relaksacijos trukmė siekia apie 3 sekundes, alkoholių - apie 1 sekundę, benzeno apie 4-5 sekundes[22]. Benzenas nėra populiarus tarp PPM mėgėjų dėl to kad tai yra kancerogeninė medžiaga bei įsigijimas yra ribojamas.

3.5 Dažnio nustatymas

Siekiant gauti didelę PPM skyrą, reikalinga tiksliai išmatuoti precesijos signalo dažnį. Gebant išmatuoti 1Hz tikslumu PPM bus galima matuoti 23nT tikslumu (2.6 formulė). Dažnio nustatymo tikslumui svarbiausias yra diskretizavimo dažnis, bei jo stabilumas. Naudojant kvarcinį autogeneratorių dažnio santykinis stabilumas siekia10⁻⁶-10^{-7.}, o jį temperatūriškai kompensavus stabilumą galima pagerinti iki 10⁻⁸ [39].

Pagrindiniai dažnio matavimo būdai yra tokie: matuoti signalo periodo trukmes ties kirtimu per nulį arba matuoti dažnį naudojant FFT ar CZT transformacijas. Šiame skyriuje bus aprašomi kirtimo per nulį ir CZT transformacijos metodai.

3.5.1 CZT transformacija

CZT transformacijos privalumas lyginant su FFT transformacija yra tas, kad nereikia skaičiuoti užsiduotu tikslumu viso dažnio diapazono, o galima skaičiuoti tik reikalingą diapazoną[23]. Tai gerokai sumažina skaičiavimo operacijų kiekį bei laiką. (žr. *3.1 pav.*)



3.1 pav. CZT: spektro skaičiavimo metodas []

CZT algoritmas įvertina signalo z transformaciją į spiralę, skirtingai nei DFT, kuri naudoja sukamąjį būdą vienetiniu spinduliu. CZT įvertinamas tam tikras atrinktas taškų kiekis iš signalo [24], [25], [26].

$$X(z_k) = \sum_{n=0}^{N-1} z(n) \cdot A^{-n} \cdot W^{nk}, \quad k = 0, 1, \dots N - 1$$
(3.6)

Čia

$$W = W_0 e^{-j\phi_0} \tag{3.7}$$



3.2 pav. CZT: Spiralės kontūras Z plokštumoje po transformacijos [24], [27].

čia

$$A = A_0 e^{+j\theta_0} \tag{3.8}$$

Lygtis (3.6) apibrėžia spiralės kontūrą Z – plokštumoje, kaip parodyta (žr. 3.2 pav.). Be to apibrėžiamas spiralės dydį, A₀ ir θ_0 pirminės imties padėtį z – plokštumoje ir žingsnio kampas ϕ_0 .

Išraiškos (3.7) ir (3.8) įstatytos į lygtį (3.6), bendra išraiška [28]:

$$X(z_k) = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) \cdot (A_0 \cdot e^{j\theta_0})^{-n} \cdot (W_0 \cdot e^{-j\phi_0})^{nk}$$

= $\sum_{n=0}^{N-1} x(n) \cdot A_0^{-n} \cdot e^{-jn\theta_0} \cdot W_0^{nk} \cdot e^{-jnk\phi_0}$
 $k = 0, 1, ..., N - 1.$ (3.9)

Šią išraišką galima suskirstyti į realią ir menamą dalį:

$$R[X(z_k)] = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) \cdot A_0^{-n} \cdot e^{-jn\theta_0} \cdot W_0^{nk} \cdot e^{-jnk\phi_0} \cdot \cos(n \cdot \theta_0 \cdot n \cdot k \cdot \phi_0)$$
(3.10)

$$k = 0, 1, ..., N - 1.$$

$$I[X(z_k)] = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) \cdot A_0^{-n} \cdot e^{-jn\theta_0} \cdot W_0^{nk} \cdot e^{-jnk\phi_0} \cdot \sin(n \cdot \theta_0 \cdot n \cdot k \cdot \phi_0)$$
(3.11)

$$k = 0, 1, ..., N - 1.$$

Ir tada

$$X(z_k) = \sqrt{R[X(z_k)] + I[X(z_k)]}.$$
(3.12)

Tam tikru atveju A₀=1 ir W₀=1, rezultatas bus lygus DFT (spiralės kontūras taps vienetiniu apskritimu), bet yra apribotas dažnių juostoje $f_{\omega} = [f_{min}; f_{max}]$ kuri nustatoma θ_0 ir ϕ_0 .

Todėl CZT, skirtingai nei FFT, nereikalauja viso spektro analizės ta pačia skiriamąja geba. Spektrinė CZT algoritmo skiriamoji geba yra:

$$\Delta f_{CZT} = \frac{f_{\omega}}{N} = \frac{f_{\omega}}{f_s T_{\omega}}$$
(3.13)

Šiuo atveju, CZT priklauso ne tik nuo stebimo lango dydžio, skirtingai, nei klasikinių metodų (FFT, Welch ir t.t.) bet ir nuo analizuojamo spektrinio lango ir diskretizavimo dažnio santykio. Tai reiškia, kad spektro raišką galima pagerinti nedidinat lango dydžio.

$$\begin{array}{ccc} CZT & N^2 \\ FFT & N \cdot \log_2 N \end{array} \tag{3.14}$$

3.5.2 Kirtimas per nulį

Vienas iš metodu yra matuoti perioda ties kirtimu per nulį (angl. *zero crossing*). Tokio metodo matavimo paklaidą idealiu atveju sudaro diskretizavimo dažnis. Didinant diskretizavimo dažnį paklaida eksponentiškai mažėja:

Siekiant išmatuoti signalą su nedidele santykine paklaida diskretizavimo dažnis turi būti daug kartų didesnis už matuojamo signalo dažnį (f_d>>f_s). metodo tikslumas išauga matuojant didesnį kiekį periodų. Dažniausiai paklaida būna pasiskirsčiusi pagal normalųjį (Gauso) skirstinį. Paklaida apskaičiuojama

$$S = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (x_i - \bar{x})^2}$$
(3.15)

Periodų matavimas ties kirtimu per nulį dažnai taikomas kartu su žemų dažniu filtru, siekiant sumažinti paklaidai (angl. *zero-crossing timing error*). Šiam matavimo metodui reikalinga kur kas mažiau skaičiavimo resursų lyginant su CZT.

3.6 Apibendrinimas

Protonų precesijos signalo dydis priklauso nuo kelių faktorių, ir, norint turėti didelę signalo amplitudę ir aukštą SNR, reikia:

- Naudoti didelį jutiklį su daug vijų, kurio viduje tilptų didelis kiekis veiklios medžiagos.
- Naudoti kuo didesnę poliarizavimo srovę.
- Naudoti labai siauros juostos filtrą.
- Naudoti kuo didesnio diametro vielą, kad sumažinti aktyviąją varžą bei turėti aukštos kokybės ritę.

Protonų precesijos magnetometro matavimo tikslumas priklauso nuo:

- Giromagnetinės konstantos, kurią deklaruoja Nacionalinė Standartų Asociacija (NIST (USA), NPL (UK), VNIIM (Rusija), NIM (Kinija)). Giromagnetinės konstantos vertė ir tolerancija yra reguliariai atnaujinama [31].
- Dažnio matavimo tikslumo.
- Įvertinti cheminio poslinkį matuojant stipresnius magnetinius laukus.
- Išorinių magnetinio lauko gradientų.

4. PPM PROEJEKTAVIMAS IR EKSPERIMENTŲ REZULTATAI

PPM magnetometras yra itin jautrus magnetinio lauko gradientams. Net nedidelis geležinis varžtelis kurio masė 3-5g sudaro tokius didelius gradientus, kad prietaisas už 30 cm neveikia. Prietaisas gamybos ir testavimo etapuose buvo išbandomas lauke, nes pirmieji sukurti variantai veikė kur kas prasčiau ir davė naudingą signalą silpnesnį, nei aprašyti šiame skyriuje. Pirmą precesijos signalą pavyko pamatyti 2015 metų vasarą. Tobulinant PPM technologinius ir schemotechninius sprendimus, buvo pagaminti keturi prototipai, bet šiame darbe pateikiami tik du geriausi variantai.

Eksperimentai atlikti su dviejų tipų jutikliais (ritėmis). Vieno tipo jutiklis naudoja tą pačią apviją magnetinimui ir signalo priėmimui. Kito tipo jutiklis turi dvi apvijas: vieną – poliarizavimui, kitą – signalo priėmimui. Kiekvienu būdu pateikiama ričių ir filtro dažninė charakteristika, principinė bei blokinė schemos. Signalui priimti iš stiprintuvo naudojama "THX SOUND SB1095" garso plokštė. Maksimali įrašo kokybė 96 kHz 24 bitų, priėmimo amplitudė galima intervale nuo -1 V iki 1 V. Gautas signalas apdorojamas "MATLAB" programine įranga. Abiejuose pagamintuose PPM nenaudotos feromagnetinės medžiagos, kurios galėtų įtakoti matavimo rezultatus.

PPM matuoja skaliarinį dydį ir dėl šios priežasties nėra itin svarbi jutiklių kryptis erdvėje. Pastačius jutiklius nestatmenai Žemės ar kito kryptingo išorinio panašaus stiprio magnetinio lauko krypčiai, rezultatas nuo to iš esmės nepasikeis. Bus gaunamas tik mažesnės amplitudės protonų precesijos signalas jutiklyje. Jei jutiklis bus pastatytas lygiagrečiai Žemės magnetinio lauko krypčiai, precesijos pamatyti nepavyks.

4.1 PPM su atskira magnetinimo apvija

Dėl gamybos paprastumo buvo pasirinkta naudoti solenoidinio tipo jutiklius (rites). Siekiant palengvinti komutavimą, nutarta gaminti ant vieno karkaso dvi atskiras apvijas: vieną – signalo priėmimui, kitą –veikliosios medžiagos poliarizavimui.



4.1.1 pav. Solenoidinio tipo jutikliai turintys atskirą apviją signalo priėmimui ir protonų poliarizacijai

Pagaminti jutikliai (ritės), kurių matmenys: ilgis 110 mm, vidinis diametras 70 mm. Į jas bus galima įtalpinti apie 400ml veikliosios medžiagos. Ritės darytos daugiasluoksnės, naudota varinė 0,45 mm diametro lakuota viela. Priėmimo apvija turi 417 vijų kurios aktyvioji varža 10,7 Ω , induktyvumas yra lygus 6,65 mH. Poliarizavimo ritė turi keturias lygiagrečiai sujungtas apvijas po 417 vijų, aktyvioji apvijos varža 2,9 Ω , jos induktyvumas yra 7,2 mH. Ričių karkasas pagamintas iš stiklo tekstolito pluošto. Vienas solenoidas turi abi apvijas, į jį bus dedama talpa su veikliąja medžiaga, kitas turi tik priėmimo apviją bei bus naudojamas išorinių trikdžių eliminavimui. Abi ritės sujungtos tarpusavyje nuosekliai priešinga kryptimi. Solenoidai suderinami 2,1 kHz rezonansiniam dažniui, virpesių kontūre panaudotas 470 µF kondensatorius. Jutiklių dažninė charakteristika pateikta (žr. *4.1.2 pav.*).



4.1.2 pav. Jutiklių impedanso priklausomybė nuo dažnio

Pagal gautą charakteristiką apskaičiuojama jutiklių (ritės) kokybė:

$$Q = \frac{F}{F_{max} - F_{min}} = \frac{2130}{2307 - 1998} = 6,89$$

Schemotechnikoje naudojamas priešstiprintuvis SSM2019, kurio vidinių triukšmų tankis nuo 100 Hz neviršija 1 nV/\sqrt{Hz} . Šiuo priešstiprintuviu signalas stiprinamas 60 dB. Papildomam stiprinimui naudojami TL072 operacinių stiprintuvų trys pakopos sujungtos kaskadiškai, kurių bendras stiprinimas apie 40 dB. Taip pat naudojamas 6-os eilės aktyvinis Čebyševo juostinis filtras, centrinis dažnis parenkamas 2,1 kHz, o juostos plotis – 1 kHz. Toks juostos plotis lemia matavimo diapazoną nuo 37,6 μ T iki 61,1 μ T. Filtras projektuotas "ANALOG FILTER WIZARD" programa, o derinimo procesas atliktas pagal realių komponentų nominalus, naudojant programą "LTSPICE". Gauta filtro dažninė charakteristika pateikta (žr. *4.1.3 pav.*).



4.1.3 pav. Filtro dažninė charakteristika

Suprojektuoto stiprintuvo bendras stiprinimas apie 100dB. Poliarizacijos grandinėje numatytas H tipo tiltelis L298 (angl. *H bridge*) galimybei poliarizuoti abiem kryptimis. Visą laiką abi apvijos (tiek žadinimo, tiek ir priėmimo) yra galvaniškai prijungtos, o valdoma tik poliarizavimo kryptis. Valdymas yra galvaniškai atrištas optronais 6N136. Taip pat numatyta galimybė stebėti poliarizavimo srovę. Principinė schema pateikta priede (žr. *Priedas 5*). Struktūrinė suprojektuoto įrenginio schema pateikiama žemiau (žr. *4.1.4 pav.*).



4.1.4 pav. Suprojektuoto įrenginio struktūrinė schema

Naudojant programą "SOLIDWORKS" suprojektuotas jutiklių stovas (žr. *Priedas 1*). Naudojant "BUNGARD" automatines frezavimo stakles, išfrezuotas stovas iš 5 mm storio organinio stiklo. (žr. *Priedas 2*) pateikta surinkto stovo nuotrauka su veikliosios medžiagos talpa.

Pagamintu PPM (žr. *Priedas 6*) atliktas eksperimentas 2016 metų vasario 2 dieną. Bandymo vieta buvo pasirinkta už KTU EEF fakulteto šalia aikštelės (koordinatės: platuma 54,903389 ilguma 23,956045 (žr. *Priedas 3*). Naudojama veiklioji medžiaga – distiliuotas vanduo apie 400 ml. Poliarizavimo trukmė 5 s, srovė 2,8 A. Gauti rezultatai pateikti (žr. *4.1.5 pav.*).



4.1.6 pav. Signalo kitimas laike (viršuje) ir signalo spektras (apačioje).

Pagal gautas charakteristikas spektre pastebimas šuolis ties 2137,032Hz. Pagal tai galima išskaičiuoti šiame taške esantį magnetinį lauko stiprumą.

$$B = \frac{2137,032Hz}{42,5764MHz/T} = 50192nT$$

Pagal gautus rezultatus tolimesnių tyrimų šiuo metodu nuspręsta nedaryti dėl prasto SNR. Naudojant mažesnį poliarizavimo laiką nei 3 sekundės, signalo spektre išskirti nepavyko. Vėliau pastebėta, kad dideli triukšmai yra dėl atskirų poliarizavimo ir priėmimo apvijų (vijų santykis 1:1). Triukšmai perduodami iš poliarizavimo apvijos į priėmimo apviją. Taip pat įtaka galima dėl to, kad triukšmų eliminavimui ritė neturėjo magnetinimo apvijos. Dėl šios priežasties solenoidai nėra identiški. Išmatuotos abiejų ričių charakteristikos, kai kontūras nesuderintas (žr. *Priedas 10*). Matomi du rezonansai, o tai nusako solenoidų neidentiškumą.

4.2 PPM naudojant tą pačia apviją magnetinimui ir signalo priėmimui

Siekiant gauti geresnių rezultatų, nei 4.1 skyriuje aprašytame tyrime, naudojami solenoido tipo jutikliai su bendra poliarizavimo ir signalo priėmimo apvija. Siekiant pagerinti ritės kokybę, jutiklis buvo daromas siaurajuostiškesnis, ritės gamybai panaudota didesnio diametro viela.



4.2.1 pav. Solenoidinio tipo jutikliai naudojantys bendrą apviją poliarizavimui ir signalo priėmimui

Naudojamos ritės matmenys: ilgis 90 mm, vidinis diametras 60 mm. Veikliosios medžiagos tūris galimas šiek tiek mažesnis nei prieš tai (apie 300 ml). Ritės darytos daugiasluoksnės, naudota varinė 0,92 mm diametro lakuota viela. Apvija turi 297 vijų, jos aktyvioji varža 2,25 Ω , induktyvumas 5,05 mH. Karkasui naudojamas stiklo tekstolito pluoštas. Viena ritė skirta signalui priimti, į kurią yra dedama veikliosios medžiagos talpa, o kita ritė naudojama išorinių trikdžių eliminavimui. Ritės tarpusavyje yra sujungiamos nuosekliai priešinga kryptimi. Skirtingai, nei nagrinėtame 4.1 skyriuje, ritės yra identiškos, sudarytos tik iš vienos apvijos. Jutikliai suderinami 2,1 kHz rezonansiniam dažniui, reikalingas 330 µF kondensatorius. Ričių dažninė charakteristika pateikta (žr. *4.2.2 pav.*).



4.2.2 pav. Jutiklių impedanso ir fazės priklausomybė nuo dažnio

Jutiklių kokybė

$$Q = \frac{F}{F_{max} - F_{min}} = \frac{2099}{2165 - 2019} = 14,38$$

Priešstiprintuvis naudojamas toks pat – SSM2019, o papildomam stiprinimui taip pat naudojama trys TL072 operaciniai stiprintuvai sujungti kaskadiškai, kurių bendras stiprinimo koeficientas padidintas iki 50 dB. Stiprintuvui numatyta galimybė esant reikalui sumažinti stiprinimo koeficientą iki 40 dB. Panaudotas juostinis filtras, kurio centrinis dažnis 2,13 kHz. Nagrinėjant rezultatus, gautus 4.1 skyriuje aprašytą sprendimą, nutarta sumažinti juostos plotį iki 700 Hz. Tai lemtų geresnį SNR, bet susiaurėtų matavimo juostos diapazonas. Tuo atveju būtų galima matuoti nuo 41,8 μT iki 58,24 μT. Filtras projektuotas su "ANALOG FILTER WIZARD" programine įranga, o galutinai suderintas pagal realių komponentų nominalus, naudojant programą "LTSPICE". Gauta charakteristika pateikta (žr. *4.2.4 pav.*).



4.2.3 pav. Filtro dažninė charakteristika

Relės komutacijai, ritės poliarizavimui, stiprintuvų maitinimo išjungimui naudojamas STM32F042F6 TSSOP20 korpuso mikroprocesorius. Sistemos valdymas vyksta iš kompiuterio, naudojant UART sąsają bei panaudojant CP2102 UART/USB konverterį. Numatyta signalą priimti naudojant išorinę garso plokštę, o taip pat numatyta galimybė nuskaityti signalą su mikroprocesoriaus vidiniu 12 bitų analogas/kodas keitikliu. Principinė schema pateikta priede (žr. *Priedas 8*). Struktūrinė suprojektuoto įrenginio schema pateikiama žemiau (žr. 4.2.4 pav.).



4.2.4 pav. Struktūrinė diagrama

Su surinktu nauju PPM atliekamas eksperimentas (žr. *Priedas 7*). 2016 metų gegužės 4 dieną. Bandymo vieta buvo pasirinkta ta pati, už KTU EEF fakulteto šalia aikštelės (koordinatės: platuma 54,903389 ilguma 23,956045 (žr. *Priedas 3*)). Matavimas atliktas, kai aikštelėje nebuvo automobilių.

Naudojama veiklioji medžiaga – distiliuotas vanduo (apie 300 ml), poliarizavimo trukmė – 3 sekundės, poliarizacijos srovė – 3.5 A. Jutikliai (ritės) pakeliami nuo žemės apie 50 cm bei nukreipiami statmenai Žemės magnetinio lauko vektoriaus krypčiai. Prietaisas maitinamas dvi nuosekliai sujungtos ličio jonų baterijų (8,4V). Gauti rezultatai pateikti (žr. 4.2.5 pav.). Visas signalo įrašas pateiktas prieduose (žr. Priedas 10). Apdorojant signalą nebuvo taikomas papildomas skaitmeninis filtravimas. Siekiant patvirtinti precesijos reiškinio buvimą, eksperimento metu buvo įrašomi signalai su veikliąja medžiaga ir be jos. Apdorojus gautus signalus, buvo aiškiai pastebėta, nesant jutiklyje veikliosios medžiagos, nevyko ir protonų precesijos reiškinys.



4.2.5 pav. Laikinis (viršuje) ir dažninis (apačioje) protonų precesijos sustiprintas jutiklio signalas.

Pagal gautas charakteristikas pastebimas spektre šuolis ties 2133,919Hz. Pagal tai galima išskaičiuoti šiame taške esantį magnetinį lauko stiprumą.

$$B = \frac{2133,949Hz}{42,5764MHz/T} = 50\ 120,5nT$$

Magnetinio lauko stiprumą galima apskaičiuoti (angl. *zero crossing*) kirtimo per nulį metodu. Imant 1 sekundės trukmės sustiprinto protonų precesijos signalo intervalą, išmatuojamas kiekvienas jo periodas. Signalo įrašytas 24 bitų skiriamąja geba bei 96 kHz diskretizavimo dažniu. Geresnei skyrai gauti signalas yra papildomai apdorojamas. Artimiausi signalo nulinei įtampai (vienas daugiau už nulį, kitas – mažiau) taškai yra aproksimuojami tiese ir randami nulinės įtampos lygmens susikirtimo su aproksimuojančiomis tiesėmis laiko momentai. Iš šių laiko momentų suskaičiuojamos periodo trukmės. Iš išmatuotų periodų verčių apskaičiuojamas jų vidurkis. Tokia imtis sudaro kiek daugiau nei 2000 periodų, o tai yra pakankamas kiekis sudaryti histogramai bei nustatyti skirstinio pobūdžiui. Iš eksperimentų rezultatų gauta histograma pateikiama (žr. *4.2.6 pav.*).



4.2.6 pav. Histograma sudaryta iš išmatuotų periodų trukmių

Visų išmatuotų periodo vidurkis yra lygus 0,46805ms. Pagal Larmoro lygtį apskaičiuojamas Žemės magnetinio lauko stipris

$$B = \frac{1}{\bar{X}\gamma} = \frac{1}{4,68605 \cdot 10^{-4}s \cdot 42,5764MHz/T} = 50\ 121nT$$

Iš pateiktos histogramos galima pastebėti, kad gauti rezultatai yra pasiskirstę pagal normalųjį (Gauso) skirstinį. Kadangi imtis yra pakankamai didelė, tai neapibrėžties intervalą galima laikyti 2σ (95%). Suskaičiuota standartinė neapibrėžtis yra lygi 2,53 · 10⁻⁵:

$$\delta = \frac{2 \cdot S}{\overline{X} \cdot} \cdot 100\% = \frac{2 \cdot 2,53 \cdot 10^{-5}}{4,68605 \cdot 10^{-4}} = 0.0108\%.$$

Magnetinio lauko matavimo paklaida siekia 50 $121 \cdot 0.0108\% = 5,4nT$.

Pastebėta, kad signalui slopstant (prastėjant SNR) matavimo paklaida išauga. Dėl to nuspręsta panaudoti skaitmeninį juostinį filtrą, kurio dažnių diapazonas 2030–2230 Hz (centrinis dažnis 2130 juostos plotis 200 Hz). Laikinis signalas pateiktas žemiau (žr. *4.2.7 pav.*). Visas signalo įrašas pateiktas prieduose (žr. *Priedas 11*).



4.2.7 pav. Laikinis protonų precesijos sustiprintas signalas po skaitmeninio juostinio filtro

Atliekamas periodų matavimas, matavimo intervalas ir būdas naudojamas toks pat. Iš eksperimentų rezultatų gauta histograma pateikiama žemiau (žr. 4.2.8 pav.). Gauti rezultatai pasiskirstę pagal normalųjį (Gauso) skirstinį.



4.2.8 pav. Histograma sudaryta iš išmatuotų periodų trukmės

Visų išmatuotų periodo vidurkis išliko nepakitęs (0,46805 ms). Dėl šios priežasties apskaičiuotas magnetinio laukas stiprumas bus toks pat kaip prieš tai buvusio eksperimento metu. Panaudojus skaitmeninį filtrą, pastebėta, kad signalo SNR pagerėjo ,o standartinė neapibrėžtis sumažėjo kiek daugiau nei 4 kartais (S=6,06 \cdot 10⁻⁶).

$$\delta = \frac{2 \cdot S}{\overline{X}} \cdot 100\% = \frac{2 \cdot 6,06 \cdot 10^{-6}}{4,68605 \cdot 10^{-4}} = 0.0026\%$$

Magnetinio lauko paklaida 50 121 \cdot 0.0026% = 1,3 *nT*

Tolimesnis bandymas buvo atliktas siekiant stebėti, kaip kinta matavimo paklaida, prastėjant SNR. Signalo įrašo intervalas sumažintas iki 0,5 sekundės, kad lengviau būtų įvertinti signalo amplitudę. Kadangi signalas slopsta eksponentiškai, tai signalo amplitudė laikoma matuojamo intervalo amplitudžių vidurkiu.

SNR	Paklaida	Paklaida nuo 50 120,5 <i>nT</i>
12	0,0025%	1,3nT
9	0,0037%	1,8nT
6	0.0046%	2.3nT
3,5	0,0092%	4,6nT
2	0.016%	7,9nT
1,5	0,029%	14,3nT
1	0,06%	30,1nT

4.1 Lentelė Paklaidos priklausomybė nuo SNR

Iš gautų rezultatų matyti, kad SNR turi didžiulę reikšmę PPM tikslumui. Naudojant periodų matavimą su artimiausių nuliui taškų tiesine aproksimacija (angl. *zero crossing*) ir SNR artėjant į 1, paklaida eksponentiškai išauga. Esant didesniems triukšmams, CZT transformacija yra pranašesnė, nes kai ilgos trukmės periodinis signalas yra "paskendęs" triukšmuose, jį galima lengviau išskirti spektre.

4.3 PPM charakteristikų matavimas

Šiame skyriuje bus aprašoma PPM charakteristikos. Stebima įtaka nuo poliarizavimo srovės ir trukmės, nuo veikliosios medžiagos tūrio bei nuo pačios veikliosios medžiagos, siekiant išsiaiškinti optimalius parametrus tolimesniame PPM naudojime. Šiame skyriuje aprašyti tyrimai vyksta patalpoje, kurioje dėl gelžbetoninių konstrukcijų yra gana dideli magnetinio lauko gradientai, todėl signalo amplitudė yra gaunama kiek mažesnė bei dėl arti esančios elektros instaliacijos išauga žemo dažnio trikdžių lygmuo. Siekiant pagerinti matavimo sąlygas, iš patalpos buvo išnešti didesni feromagnetinių medžiagų turintys daiktai. Tie daiktai, kurių dėl tam tikrų priežasčių išnešti nebuvo galima, buvo patraukiami kuo toliau nuo matavimo įrangos, kad turėtų kuo mažesnę įtaką tyrimams ir gautiems rezultatams. Visi bandymai buvo atliekami nekeičiant bandymo vietos, tuo siekiant išlaikyti gradientų įtaką tą pačią viso tyrimo metu.

Išmatuota protonų precesijos signalo amplitudės priklausomybė nuo poliarizavimo trukmės. Veiklioji medžiaga per visą tyrimą buvo nekeičiama (naudojamas distiliuotas vanduo, kurio tūris apie 300 ml). Poliarizavimo srovė bandymo metu taip pat buvo nekeičiama, palaikoma fiksuota 3,5 A. Priklausomybė išmatuota, protonų poliarizavimo trukmę keičiant nuo 200 ms iki 5 s. Signalas įrašomas 2 sekundes naudojant tą pačia išorinę garso plokštę. Įrašo kokybė 24 bitų diskretizavimo dažnis 48 kHz, signalui atliekama CZT transformacija bei apskaičiuojama precesijos signalo vidutinė įtampa. Bandymai buvo atlikti, naudojant poliarizavimo laiką trumpesnį, nei 200 ms, tačiau esant tokiems sistemos parametrams, precesijos signalo aptikti nepavyko.



4.3.1 pav. Signalo amplitudės priklausomybė nuo poliarizavimo srovės (viršutinis) ir trukmės (apatinis)

Iš eksperimentiškai išmatuotos protonų precesijos signalo amplitudės priklausomybės nuo protonų poliarizavimo trukmės (žr. *4.3.1 pav.*) pastebėta, kad precesijos signalo amplitudė nuo protonų poliarizavimo trukmės priklauso beveik tiesiškai, rezidiumai siekia iki 1 mV. Naudojant 200 ms ir trumpesnę poliarizaciją, protonų precesijos signalas spektre tampa vos matomas.

Pagal tuos pačius kriterijus buvo atliekamas bandymas keičiant protonų poliarizavimo srovę, bet jos trukmę išlaikant stabilią (fiksuota 3 sekundės). Srovė keičiama nuo 200 mA iki 5 A. Esant srovei mažesnei nei 200 mA, spektre signalo iš triukšmų išskirti nepavyko. Protonų precesijos signalo amplitudės priklausomybė nuo protonų poliarizacijos srovės pateikta (žr. *4.3.1 pav.*). Gauta priklausomybė yra tiesinė, kaip ir aprašo formulė (3.2). Gautoje priklausomybėje matyti pabangavimai, greičiausiai gauti dėl to, kad maitinimo šaltinio srovės ribojimo keitimo žingsnis grubus (0,1 A).

Sekančiame tyrimo etape buvo išmatuota protonų precesijos signalo amplitudės priklausomybė nuo veikliosios medžiagos tūrio. Šio tyrimo metu poliarizavimo srovė buvo palaikoma ties 3,5 A bei poliarizavimo trukmė fiksuota – 3 sekundės. Vandens tūris buvo keičiamas nuo 2 ml iki 100 ml. Tyrimo metu buvo siekiama, kad veiklioji medžiaga turėtų kuo mažesnį paviršiaus plotą dėl to, kad matavimo rezultatus kuo mažiau įtakotų magnetinio lauko gradientai. Gauti rezultatai pateikiami (žr. *4.3.2 pav.*).



4.3.2 pav. Signalo amplitudės priklausomybė nuo veikliosios medžiagos tūrio

Iš gautų rezultatų matyti, kad priklausomybė nėra tiesinė kaip aprašo (3.1) ir (3.2) formulės. Taigi, galima daryti prielaidą, kad didinat tūrį, didėja magnetinio lauko gradientų įtaka. Visame veikliosios medžiagos tūryje yra nevienodas magnetinio lauko stiprumas, precesija vyksta ne vienu dažniu, dėl ko yra gaunama mažesnė protonų precesijos signalo amplitudė, nei turėtų būti.

Iš pirmųjų trijų tyrimų galima daryti išvadą norint gauti geresnį rezultatą, poliarizavimo trukmės ir srovės visai sutrumpinti nepavyks, nes protonų precesijos signalo amplitudė tiesiogiai proporcinga tiek poliarizavimo srovei tiek poliarizavimo srovei. Didesnis veikliosios medžiagos tūris turi privalumą tik tokiu atveju, kai yra matuojama vietovėse, kuriose yra silpni magnetinio lauko gradientai. Priešingu atveju iš didesnio veikliosios medžiagos tūrio naudos nedaug. Siekiant

miniatiūrizuoti PPM prietaisą, kad jis taptų mobiliu, yra tikslinga kaip tik mažinti veikliosios medžiagos tūrį.

Kitas tyrimas atliktas, keičiant veikliąją medžiagą (visos išbandytos veiklios medžiagos turi daug vandenilio ¹H protonų). Šiame tyrime buvo stebima protonų precesijos slopimo konstanta, kuri visose medžiagose vyksta eksponentiniu dėsniu (3.13). Poliarizavimo srovė bei trukmė išlieka ta pati, kaip ir prieš tai atliktame bandyme, kai buvo tiriamos protonų precesijos signalo amplitudės priklausomybės nuo medžiagos tūrio. Kadangi slopimo konstanta nuo veikliosios medžiagos tūrio nepriklauso, o ir visoms medžiagoms neturėjau vienodų talpų, tai dėl šios priežasties veiklioji medžiaga buvo dedama į jutiklį skirtingose talpose (skyrėsi jų forma ir dydis). Esant skirtingiems veikliosios medžiagos tūriams, signalo amplitudė nebuvo vertinama ir gautas amplitudes normuoju. Grafike (žr 4.3.3 pav.) pateikta protonų precesijos signalo gaubtinės priklausomybė nuo laiko kai naudojama veiklioji medžiaga sieros rūgštis 30%. Gaubtinei gauti buvo naudojama Hilberto transformacija. Eksperimentas buvo atliktas 3 kartus kiekvienu metu apskaičiuojama minimalaus kvadratų metodu eksponentinė slopimo konstanta (T₂).



4.3.2 pav. Protonų precesijos signalo gaubtinės slopimas naudojant veikliąją medžiagą sieros rūgštį 30%

Pagal gautą charakteristiką pastebėta, kad kartojant bandymą su ta pačia medžiaga eksponentinė slopimo konstanta (T₂) išlieka tokia pat. Slopimo konstantos variacija gauta iki 5%. Visų tyrime naudotų veikliųjų medžiagų (turinčių ¹H atomų junginyje) protonų precesijos signalo gaubtinei gauti buvo naudojama Hilberto transformacija. Gautas grafikas pateiktas žemiau (žr. *4.3.3 pav.*).



4.3.3 pav. Protonų precesijos signalo gaubtinės slopimas naudojant skirtingas veikliąją medžiagas

Iš pateiktų rezultatų akivaizdžiai matyti, kad acetono (propanono) relaksacijos trukmė kur kas ilgesnė už sieros rūgšties 30% (H₂SO₄). Minimalių kvadratų metodu nustatomas tyrime naudotų veikliųjų medžiagų eksponentinės slopimo konstantos. Siekiant gauti geresnių rezultatų eksperimentai pakartoti 5 kartus. Gauta slopimo priklausomybė pateikta (žr. *4.3.4 pav.*), o eksponentinio slopimo konstantos pateiktos 4.2 lentelėje.



4.3.4 pav. Precesijos slopimo priklausomybė nuo laiko naudojant skirtingas veikliąsias medžiagas

4.2 Lentelė Skirtingų medžiagų slopimo konstantos

Medžiaga	Slopimo konstanta
Acetonas (ketonas)	0,96
Acto rūgštis 70%	0,633
Izopropilo alkoholis	0,731
Sieros rūgštis 30%	0,384
Vaitspiritas	0,640
Vanduo	0,706

Iš tyrime naudotų medžiagų didžiausiu slopinimo koeficientu pasižymi 30% sieros rūgštis (H₂SO₄). Šiai medžiagai precesijos signalas paskęsta triukšmuose jau po 500 ms. Lėčiausiai precesijos signalas slopsta acetone (propanonas ketono klasės C₃H₆O). Lyginant su sieros rūgštimi, signalas matomas kiek daugiau nei 3 kartus ilgiau. Pakartojus matavimą su kiekviena medžiaga 5 kartus, pastebėta, kad slopimo konstantos variacija svyruoja iki 5%. Šaltinyje [22] buvo teigiama, kad alkoholių slopimo konstanta yra kur kas didesnė nei vandens, bet mano gautuose rezultatuose alkoholio ir vandens slopimas yra labai panašus. Kitų medžiagų, naudotų tyrime slopimų palyginimų literatūros šaltiniuose neradau.

4.4 Žemės magnetinio lauko tyrimai

Atliktas eksperimentas 2016 metų gegužės 6 – 9 dienomis. Bandymo vieta buvo pasirinkta nuošalesnė, kurioje Žemės magnetinį lauką mažiau įtakotų išoriniai veiksniai (automobiliai, didelės galios elektros tinklai, gelžbetonio konstrukcijos ir t.t.). Taip pat vieta buvo pasirinkta tokia, kad būtų galima saugiai palikti matavimo įrangą tris paras (koordinatės: platuma 54,908580, ilguma 23,909770 (žr. *Priedas 4*)).

Matavimai buvo atliekami kas 1 minutę, signalas įrašinėjamas 3 sekundes naudojant tą pačia išorinę garso plokštę kuri buvo naudota laboratorijos sąlygomis. Įrašymo parametrai: kvantavimas – 24 bitai, o diskretizavimo dažnis buvo sumažintas iki 8 kHz. Protonų poliarizavimo laikas – 3 sekundės, poliarizavimo srovė – 5 A. Prietaisas maitinamas išorinio maitinimo šaltinio, įjungto į elektros tinklą. Naudojama veiklioji medžiaga – distiliuotas vanduo, kurio tūris apie 300 ml. Gautus rezultatus palyginau su artimiausių šalių geomagnetinių observatorijų rezultatais (žr. *4.4.1 pav.*). Geomagnetinių observatorijų rezultatai paimti iš [33].



4.4.1 pav. Žemės magnetinio lauko kitimas 2016 gegužės 6-9 dienomis palyginimas su gretimų šalių geomagnetinių observatorijų rezultatais.

Iš gautų rezultatų akivaizdu, kad Žemės magnetinio lauko kitimas trijų parų laikotarpiu, užfiksuotas Kauno mieste su pagamintu PPM yra panašus į kaimyninių šalių geomagnetinių observatorijų pateiktus rezultatus. Didesni magnetinio lauko pokyčiai užfiksuoti Švedijoje, mažesni pokyčiai – Serbijoje. Iš to galima spresti, kad magnetinio lauko fliuktuacijos yra mažesnės arčiau pusiaujo, o didesnės – arčiau šiaurės poliaus. Taip pat matomi dienos ir nakties pokyčiai. Naktį magnetinis laukas susilpnėja, o dienos metu – padidėja.

Palyginus rezultatus su tolimesnių šalių observatorijų duomenimis, matoma panaši variacija, tik pastebimas poslinkis laiko ašyje (žr 4.4.1 pav.) . Kadangi didžiausią įtaką Žemės magnetinio lauko fliuktuacijoms daro Saulė [29] tai dėl šios priežasties matomas magnetinio lauko skirtumas skirtingose laiko zonose.



5.4.2 pav. Žemės magnetinio lauko kitimas 2016 gegužės 6-9 dienomis palyginimas su tolimesnių šalių geomagnetinių observatorijų rezultatais.

Iš pateiktų duomenų (žr. 4.4.1pav. ir 4.4.2 pav.) matyti, kad tarp gegužės 8-9 dienos yra padidejusios fliuktuacijos, lyginat su gegužės 6-8 dienų rezultatais. Tai įvyko dėl to, kad tą laikotarpį vyko saulės magnetinė audra [34] (Kp indeksas 7). Detalesnis gegužės 8-9 dienų magnetinio lauko fliuktuacijos grafikas pavaizduotas (žr. 4.4.3 pav.).



4.4.2 pav. Žemės magnetinio lauko kitimas 2016 gegužės 8-9 dienomis kai saulės aktyvumas padidėjęs palyginimas su kitų šalių geomagnetinių observatorijų rezultatais.

Iš gautų rezultatų matyti, kad mažiausias magnetinis laukas buvo gegužės 8 dieną 6 valandą ryto, o po to didėja iki 6 valandos vakaro. Dienos pokytis – apie 200 nT. Lenkijoje ir Airijoje geomagnetinių observatorijų užfiksuotas pokytis taip pat panašus, Serbijoje pokytis – kur kas mažesnis. Lyginant gegužės 8-9 dienomis užfiksuotus rezultatus su gegužės 6-8 dienomis gautais rezultatais, galima pastebėti, kad magnetinio lauko stiprio pokytis buvo apie 4 kartus didesnis.

5. IŠVADOS

- Suprojektuoti ir pagaminti du protonų precesijos magnetometrai galintys matuoti nuo 40μT iki 60μT magnetinio lauko stiprumą, nustatyta, kad magnetometras su dviem simetrinėmis ritėmis labiau tinkamas Žemės magnetinio lauko matavimui.
- PPM naudojantis atskirą priėmimo ir poliarizavimo apviją turi didesnius triukšmus nei naudojantis bendrą apviją.
- Naudojant poliarizavimo srovę 3 sekundes (3,5 A) pavyko gauti prietaiso matavimo neapibrėžtį 5,4 nT nenaudojant skaitmeninio filtro, o su skaitmeniniu filtru sumažinti iki 1,3 nT.
- Išlaikant statines magnetinio lauko savybes prietaisas tinkamas naudoti medžiagų identifikavimui pagal sukinio-sukinio relaksacijos slopimo konstantą.
- Pagamintu PPM atliktas tyrimas matuoti Žemės magnetinio lauko pokyčius (2016 gegužės 6-9 dienomis)., Tyrimo metu užfiksuota saulės magnetinė audra. Rezultatai palyginti su kitų šalių geomagnetinimės observatorijomis.
- Žemės magnetinio lauko matavimui išoriniai veiksniai magnetinį lauką įtakoja kur kas labiau nei prietaiso matavimo paklaida.

Galimi tolimesni tyrimai:

- ištirti sukinio aido (angl. *spin-echo*) metodo pritaikomumą Žemės magnetinio lauko matavimo vietovėms turinčioms didesnius magnetino lauko gradientus.
- Panaudoti Overhauserio efektą Žemės magnetinio lauko matavimams, siekiant sumažinti energijos suvartojimą.

6. LITERATŪROS ŠALTINIAI

- [1] T. Instruments, "Noise Analysis in Operational Amplifier Circuits", 2007.
- [2] S. a Macintyre, "Magnetic field measurement", CRC Press LLC, p. 16–18, 1999.
- [3] K. N. Henrichsen, "Classification of Magnetic Measurement Methods".
- [4] J. A. R. Koehler, "Proton Precession Magnetometers, Revision 3", p. 1–52, 2012.
- [5] J. N. Lee, "Feasibility of overhauser-enhanced MR imaging with nitroxide free radicals.", J. Magn. Reson. Imaging, t. 6, nr. 1, p. 261–263, 1996.
- [6] I. Hrvoic, "Overhauser Magnetometers For Measurement of the Earth's Magnetic Field", GEM Syst. Inc, 1989.
- [7] H. Yokoyama, M. Hiramatsu, ir Y. T. Foundation, "An analysis of the intracerebral ability to eliminate a nitroxide radical in the rat after administration of idebenone by an in v i v o rapid scan electron spin resonance spectrometer", p. 247–250, 1996.
- [8] E. J. Blink, "mri : Physics", p. 0–75.
- [9] T. L. James, "Chapter 1 Fundamentals of NMR", Control, t. 27, p. 1–31, 1998.
- [10] S. Wu, "Experiment Methods", Development, 2011.
- [11] H. Wang, H. Dong, X. Zhou, X. Xue, ir S. Li, "The study of proton magnetometer precession signal extraction technology", J. Inf. Comput. Sci., t. 9, nr. 13, p. 3753–3760, 2012.
- [12] G. S. Waters ir P. D. Francis, "A nuclear magnetometer", *J. Sci. Instrum.*, t. 35, nr. 3, p. 88–93, 1958.
- [13] L. HUGGARD, "Proton magnetometer", p. 1–8, 1946.
- [14] R. J. Carbajo ir J. L. Neira, "NMR for Chemists and Biologists", p. 1–125, 2013.
- [15] "Earth Field Nmr Experiment", 2010.
- [16] M. D. of Physics, "Pulsed Nuclear Magnetic Resonance: Spin Echoes", 2003.
- [17] P. T. Callaghan, C. D. Eccles, ir J. D. Seymour, "An earth's field nuclear magnetic resonance apparatus suitable for pulsed gradient spin echo measurements of self-diffusion under Antarctic conditions", *Rev. Sci. Instrum.*, t. 68, nr. 11, p. 4263, 1997.
- [18] E. L. Hahn, "Spin echoes", Physical Review, t. 80, nr. 4. p. 580–594, 1950.
- [19] J. H. Shim, S.-J. Lee, S. Hwang, K. K. Yu, ir K. Kim, "Proton spin-echo magnetometer: a novel approach for magnetic field measurement in residual field gradient", *Metrologia*, t. 52, nr. 4, p. 496–501, 2015.

- [20] M. D. Lingwood ir S. Han, "Dynamic nuclear polarization of 13C in aqueous solutions under ambient conditions", J. Magn. Reson., t. 201, nr. 2, p. 137–145, 2009.
- [21] A. Katsuo, "Protein NMR", p. 75–132, 2003.
- [22] W. Bayot, "Practical Guidelines for building a Magnetometer by Hobbyists", p. 1–12, 2008.
- [23] S. Sirin, "CZT vs FFT: Flexibility vs Speed", 2003.
- [24] M. Aiello, A. Cataliotti, ir S. Nuccio, "A chirp-z transform-based synchronizer for power system measurements", *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, t. 54, nr. 3, p. 1025–1032, 2005.
- [25] T. Tarasiuk, "Application of CZT transform for spectrum analysis in systems with varying frequency", 2007 4th IEEE Work. Intell. Data Acquis. Adv. Comput. Syst. Technol. Appl. IDAACS, nr. September, p. 329–334, 2007.
- [26] T. T. Wang, "The segmented chirp <e1>Z</e1>-transform and its application in\nspectrum analysis", *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, t. 39, nr. 2, p. 318–323, 1990.
- [27] L. Rabiner, R. Schafer, ir C. Rader, "The Chirp z-Transform Algorithm", *IEEE Trans. Audio Electroacoust.*, t. 17, nr. 2, p. 86–92, 1969.
- [28] G. Martin, "Chirp Z-Transform Spectral Zoom Optimization with MATLAB", Sandia Natl. Lab. Rep. SAND2005-7084, nr. November, 2005.
- [29] J. Geller, "Geomagnetic observatory", EDN Netw., 2012.
- [30] Ohya-Nishiguchi, H., & Packer L., "Bioradicals detected by ESR spectroscopy", 2010
- [31] John C. Edwards, Ph.D., "Priciples if NMR", Process NMR Associates LLC, 87A Sand Pit Rd, Danbury CT 06810, 2008
- [32] G. Buika, V. Getautis, V. Martinaitis, "Organinių junginių spektroskopija" 2007
- [33] Geomagnetinių observatorijų duomenys http://www.intermagnet.org/imos/imotblobseng.php#
- [34] Saulės geomagnetinė audra http://www.solarham.net/older.htm
- [35] S. Sirin "A DSP algorithm for frequency analysis", 2004 http://www.embedded.com/design/configurable-systems/4006427/A-DSP-algorithm-forfrequency-analysis
- [36] M. Mandea, Monika Korte, "Geomagnetic Observations and Models", Springer Science & Business Media, 2010
- [37] M. Morgan, "The pump and tubes", A journal of all things vacular, 2012 http://cvandir.blogspot.lt/2012/11/bssfp-mra.html

[38] L.Jianhua at all., "Observation of True and Pseudo NOE Signals Using CEST-MRI and CEST-MRS Sequences with and without Lipid Suppression", Magnetic Resonance in Medicine Volume 73, Issue 4, pages 1615–1622, April 2015

[39] V. Dumbrava, "Signalai ir sistemos 2", Technologija, 2008

7. PRIEDAI

Priedas 1 Stovo 3D vaizdas





Priedas 2 Stovas



2 pav. surinktas suprojektuotas stovas

Priedas 3 Matavimo vieta 1



3 pav. Nurodoma matavimo vieta naudojant "GOOGLE MAPS" šalia KTU EEF fakulteto Kaunas, Lietuva



Priedas 4 Matavimo vieta 2

4 pav. Nurodoma matavimo vieta naudojant "GOOGLE MAPS" nuošalesnėje vietoje Kaunas, Lietuva

Priedas 5 Principinė schema 4.1 skyriui



5 pav. Principinė schema 4.1 skyriui

Priedas 6 Surinktos plokštės paveikslas 4.1 skyriui

6 pav. Surinktos plokštės paveikslas skirtos PPM su atskira poliarizavimo apvija

Priedas 7 Surinktos plokštės paveikslas 4.2 skyriui

7 pav. Surinktos plokštės paveikslas skirtos PPM naudojant tą pačią apvija

Priedas 8 Principinė schema 4.2 skyriui

8 pav. Principinė schema 4.2 skyriui

Priedas 9 Protonų precesijos signalo įrašas

9 pav. Protonų precesijos signalo įrašas kuriame matyti 3sekundžių poliarizavimo trukmė bei po to vykstanti protonų precesijos relaksacija

Priedas 10 Protonų precesijos signalo įrašas filtruotas skaitmeniniu filtru

10 pav. Protonų precesijos signalo įrašas nufiltruotas skaitmeniniu filtru kuriame matyti nuo trečios sekundės vykstanti protonų precesijos relaksacija

10 pav. 4.1 skyriuje naudotų ričių dažninė ir fazinė charakteristika kai kontūras nesuderintas

Priedas 12 Pagamintas PPM

10 pav. Pagamintas PPM

Priedas 13 Technoramos sertifikatas

11 pav. Technoramos sertifikatas