

УДК 621.314.7

А.Ф. ДАНИЛЕНКО, канд. техн. наук, доц., НТУ "ХПИ",*А.Г. ДЬЯКОВ*, канд. техн. наук, доц., НТУ "ХПИ",*Н.И. РЕБЕНОК*, магистр, НТУ "ХПИ",*А.В. НИЗИЙ*, магистр, НТУ "ХПИ"**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЗИЦИИ ОБРАЗЦА
В ЯМР-СПЕКТРОМЕТРЕ**

Проведен анализ влияния параметров измерительной установки ЯМР-спектрометра на интенсивность принимаемого эхо-сигнала. Предложено устройство и алгоритм оптимизации позиционирования образца в магнитном поле катушки. Применен алгоритм поиска экстремума амплитуды принимаемого эхо-сигнала на основе чисел Фибоначчи. Рассмотрена возможность реализации предложенного алгоритма на микроконтроллере АРМ и использование его в системе управления ЯМР-спектрометром. Ил.:1. Библиогр.: 10 назв.

Ключевые слова: измерительная установка, ЯМР-спектрометр, эхо-сигнал, алгоритм оптимизации позиционирования образца, магнитное поле, поиск экстремума, числа Фибоначчи, микроконтроллер.

Постановка проблемы. Одним из параметров, который необходимо учитывать при исследовании образцов на установке ядерного магнитного резонанса (ЯМР), является положение образца в магнитном поле. Определение наилучшей точки расположения образца позволяет значительно повысить амплитуду эхо-сигнала, повысить точность измерения его параметров и сократить время на получение информации о структуре исследуемого вещества.

Анализ литературы. Образец с исследуемым веществом при проведении исследований пищевых продуктов на установке ЯМР-спектрометра находится одновременно под действием двух видов магнитного поля – постоянного и переменного [1–3]. Величина постоянного магнитного поля определяет частоту и интенсивность воздействия переменного магнитного поля. Это магнитное поле, создается измерительной катушкой ЯМР-спектрометра. Основными параметрами при исследовании образца являются времена спин-решеточной (T_1) и спин-спиновой (T_2) релаксации, определяемых из следующих соотношений:

$$T_1 = -\frac{\Delta T_i}{\ln(1 - A_i/A_0)}; \quad T_2 = -\frac{2(\Delta \tau_i)}{\ln(A_i/A_0)}, \quad (1)$$

где ΔT_i – интервал между сериями зондирующих импульсов; A_i – амплитуда импульса при i -ом интервале между зондирующими

импульсами; A_0 – начальная амплитуда импульса; $\Delta\tau_i$ – интервал времени между зондирующими импульсами.

Из соотношений (1) следует, что ошибка в определении амплитуды импульсов сказывается на точности определения времен релаксации. Поэтому образец должен быть установлен так в магнитном поле катушки, чтобы амплитуда принимаемого сигнала была максимальной. В этом случае будет обеспечено наилучшее соотношение сигнал-шум и точность определения времен релаксации будет наилучшей. В большинстве случаев позиционирование образца обеспечивается путем только визуального наблюдения за амплитудой сигнала и последующей корректировкой положения образца в измерительной катушке [4].

В источнике [5] приведено соотношение, которое позволяет оценить амплитуду U принимаемого сигнала в ЯМР-спектрометре в зависимости от параметров настройки спектрометра и положения образца в нем

$$U = Q\gamma B^2 \chi n V_e / L_k, \quad (2)$$

где Q – добротность измерительного контура спектрометра; γ – гиромагнитное отношение, определяющее резонансную частоту изотопа в магнитном поле; B^2 – суммарная магнитная индукция, образуемая магнитными моментами протонов после возбуждения образца; χ – магнитная спиновая восприимчивость; n – число витков приемной катушки; V_e – объем исследуемого образца, на который воздействует высокочастотное поле; L_k – длина приемной катушки.

Из выражения (2) следует, что при неизменных параметрах измерительной системы спектрометра точка позиционирования образца влияет на величину принимаемого сигнала. Поэтому систему управления спектрометром [6, 7] целесообразно дополнить блоком позиционирования с реализованным в нем алгоритмом определения наилучшей точки установки образца в магнитном поле катушки.

Целью работы является разработка и обоснование алгоритма работы устройства, которое позиционирует образец в магнитном поле катушки для получения максимальной амплитуды принимаемого сигнала, и реализации его на микроконтроллере с дальнейшим введением алгоритма в систему управления ЯМР-спектрометром.

Для оценки влияния расположения образца [8] в катушке предварительно были проведены опыты с разным объемом заполнения ампулы. Ампулы заполнялись водой на высоту 6,5 затем 10 и 12,5 мм. Дальше путем постепенного перемещения ампулы с образцом в катушке определялось положение, при котором выходной эхо-сигнал был

максимальным [9]. Результаты обработки экспериментальных данных, приведенных на рисунке, представлены, в относительных единицах. По оси ординат откладывались значения амплитуды сигнала, а по оси абсцисс отложено число оборотов механизма перемещения ампулы с образцом. Один оборот механизма перемещения соответствует смещению образца на 1,5 мм.

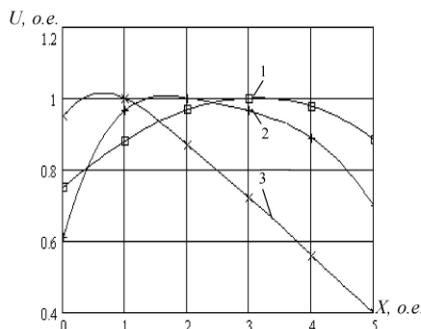


Рис. Зависимость амплитуды сигнала образца от положения ампулы при различной степени её заполнения

Приведенная на рис. кривая 1 показывает график изменения амплитуды сигнала в зависимости от положения образца в поле катушки при заполнении ампулы на 6,5 мм. Графики 2, 3 соответствуют заполнению ампулы на 10 и 12,5 мм соответственно. Из приведенных графиков видно, что при заполнении ампулы на 10 мм относительная амплитуда сигнала достигает максимума при установлении ампулы на высоте приблизительно 3 мм от начального значения. При этом максимальное значение амплитуды достигается примерно в средней части интервала перемещения.

Это значение и является наиболее целесообразным при проведении измерений свойств вещества. В свою очередь, наибольшее абсолютное значение сигнала было получено при заполнении ампулы на 12,5 мм. Однако, погрешности позиционирования в этом случае значительно больше из-за большей остроконечности изменения зависимости амплитуды сигнала от положения ампулы с исследуемым образцом в поле катушки ЯМР-спектрометра.

Проведенные исследования также показали, что при анализе твердых образцов, которые не могут полностью заполнить ампулу, целесообразно чтобы размеры их не превышали размер в 10 мм, потому что возможен выход образца за границы однородности магнитного поля, создаваемого постоянным магнитом ЯМР-спектрометра.

Для определения наилучшего положения образца был исследован алгоритм поиска экстремума на основе использования чисел Фибоначчи. Числа Фибоначчи определяются следующей последовательностью [10]:

$$F_0 = F_1 = 1; F_N = F_{N-1} + F_{N-2}; N > 1.$$

Использование чисел Фибоначчи в технических устройствах позволяет реализовать алгоритм для организации оптимального поиска экстремума функции одной переменной.

Доказано, что если требуется найти положение экстремума функции $H(x)$ определенной на интервале (a, b) с абсолютной ошибкой не превышающей:

$$\Delta = \frac{b-a}{F_N}, \quad (3)$$

где F_N – N -е число Фибоначчи, то для отыскания положения экстремума достаточно вычислить не более N значений функции $H(x)$.

Алгоритм определения положения наилучшей точки для проведения измерения состоит из следующих этапов:

1. Вводится начальная a и конечная b точки позиционирования образца. Задается интервал Δ , в пределах которого необходимо найти наилучшую точку позиционирования образца. Для реальных графиков, представленных на рис., величину Δ можно принять равной 0,1 от общего интервала (a, b) измерения.

2. Определяется число Фибоначчи, которое будет использоваться при поиске точки максимума из выражения

$$F_N = \frac{b-a}{\Delta}.$$

3. Определяется шаг поиска по формуле (3).

4. Определяется значение амплитуды $A(X_n)$ в начальной точке интервала X_n , соответствующей начальному значению интервала (a, b) .

5. Определяется координата первой точки проведения измерения

$$Z_1 = a + \Delta_N F_{N-1}.$$

6. Сравниваются значения полученных амплитуд в точках Z_1 и Z_n .

Если $A(Z_1) > A(Z_n)$ то шаг считается удачным и берется следующая точка.

7. Последующие шаги выполняются с уменьшающейся величиной шага $\Delta Z_i = \pm \Delta_N F_{N-2-i}$ по следующему правилу:

Если предыдущий шаг удачный, то следующий ($i+1$) выполняется из точки $Z_{i+2} = Z_{i+1} + \Delta Z_i$; если шаг неудачный – то из точки $Z_{i+2} = Z_i - \Delta Z_{i+1}$.

Указанный процесс продолжается до тех пор, пока не будут исчерпаны все числа Фибоначчи в убывающей последовательности.

Проведенные исследования образца и полученные измерения дают возможность поставить вопрос о разработке автоматической системы, построенной на основе микроконтроллера STM32, для установки образца в зону максимального сигнала и учета времени проведения эксперимента с учетом усталости образца. В качестве первого варианта подобной системы можно рассмотреть вариант системы, которая выдает рекомендации исследователю для более точной установки образца в ручном режиме.

Выводы. Проведен анализ влияния степени заполнения ампулы веществом для исследования величины сигнала ЯМР. Установлено, что для данной конфигурации измерительной системы целесообразно проводить заполнение ампулы на высоту 10 мм.

Определена степень влияния положения образца на амплитуду выходного сигнала ЯМР- спектрометра.

Предложено устройство, способ и алгоритм минимизации времени и усталости образца при подготовке эксперимента на основе микроконтроллера STM32. Применение данного устройства и алгоритма позволяет на 40 % снизить затраты времени на позиционирование образца и повысить стабильность условий проведения эксперимента в целом.

Список литературы: 1. *Beadle R.* Magnetic resonance spectroscopy in myocardial disease / *R. Beadle, M. Frenneaux* // *Expert Rev. Cardiovasc. Ther.* – 2010. – № 8. – 269–277 p. 2. *Эрнст Р.* ЯМР в одном и двух измерениях / *Р. Эрнст, Дж. Боденхаузен.* – М.: Мир, 2000. – 711 с. 3. *Пивоваров П.П.* Теоретична технологія продукції громадянського харчування / *П.П. Пивоваров.* – Харків: Ранок, 2000. – 116 с. 4. *Dey K.K.* Trading sensitivity for information: Carr-Purcell-Meiboom-Gill acquisition in solid-state NMR / *K.K. Dey, J.T. Ash, N.M. Trease, P.J. Grandinetti* // *J. Chem.Phys.* – 2010. – 133 p. 5. *Неронов Ю.И.* Ядерный магнитный резонанс в томографии и в спектральных исследованиях. Учебное пособие / *Ю.И. Неронов, З. Гарайбех* / СПб.: Санкт-Петербургский государственный институт точной механики и оптика (Технический университет). – 2003. – 84 с. 6. *Даниленко О.Ф.* Автоматизована система виміру ЯМР спектрометра. Прогресивні техніка та технологія харчових виробництв ресторанного господарства і торгівлі / *О.Ф. Даниленко, О.Г. Дьяков, О.І. Торяник* // *Зб. наук. праць Вип. 2.* Харків. – 2005. – 314 – 342 с. 7. *Олсон Г.* Цифровые системы автоматизации процесса управления / *Г. Олсон, Д. Пиани.* – СПб.: Невский диалект, 2002. – 254 с. 8. *Аракелян Г.* Математика и история золотого сечения: монография / *Г. Аракелян.* – М.: Логос, 2014. – 136 с. 9. *Пантилеев А.В.* Методы оптимизации в примерах и задачах / *А.В. Пантилеев, Т.А. Летова.* – М.: Высшая школа 2005. – 302 с.

10. Кнут Д. Конкретная математика. Основание информатики / Д. Кнут, Р. Грэхем, О. Паташник. – М.: Мир; Бином. Лаборатория знаний, 2006. – 211 с.

Bibliography (transliterated): **1. Beadle R.** Magnetic resonance spectroscopy in myocardial disease / R. Beadle, M. Fremieux // Expert Rev. Cardiovasc. Ther. – 2010. – № 8. – 269–277 p. **2. Jernst R.** JaMR v jednom i dvuh izmerenijah / R. Jernst, Dzh. Bodenhausen. – М.: Мир, 2000. – 711 с. **3. Pivovarov P.P.** Teoretichna tehnologija produkcii gromadjans'kogo harchuvannja / P.P. Pivovarov. – Harkiv: Ranok, 2000. – 116 s. **4. Dey K.K.** Trading sensitivity for information: Carr-Purcell-Meiboom-Gill acquisition in solid-state NMR / K.K. Dey, J.T. Ash, N.M. Trease, P.J. Grandinetti // J. Chem.Phys. – 2010. – 133 p. **5. Neronov Ju.I.** Jadernyj magnitnyj rezonans v tomografii i v spektral'nyh issledovanijah. Uchebnoe posobie. / Ju.I. Neronov, Z. Garajbeh. – SPb.: Sankt-Peterburgskij gosudarstvennyj institut točnoj mehaniki i optika (Tehnicheskij universitet), 2003. – 84 s. **6. Danilenko O.F.** Avtomatizovana sistema vimiru JaMR spektrometra. Progressivni tehnika ta tehnologija harchovih virobnictv restorannogo gospodarstva i torgivli / O.F. Danilenko, O.G. D'jakov, O.I. Torjanik // Zb. nauk. prac' Vip. 2. Harkiv. – 2005. – 314-342 s. **7. Olson G.** Cifrovyje sistemy avtomatizacii processa upravlenija / G. Olson, D. Piani. – SPb.: Nevskij dialekt, 2002. – 254 s. **8. Arakeljan G.** Matematika i istorija zolotogo sechenija: monografija / G. Arakeljan. – М.: Logos, 2014. – 136 s. **9. Pantileev A.V.** Metody optimizacii v primerah i zadachah / A.V. Pantileev, T.A. Letova. – М.: Vysshaja shkola 2005. – 302 s. **10. Knut D.** Konkretnaja matematika. Osnovanie informatiki / D. Knut, R. Grjehem, O. Patashnik. – М.: Мир; Binom. Laboratorija znaniy, 2006. – 211 s.

Поступила в редакцию 20.03.2015

Повторно 10.05.2015

Статью представил д-р техн. наук, проф. НТУ "ХПИ" Поворознюк А.И.

Danilenko Alexander, Cand.Tech.Sci., Dotcent
Natoinal Tehnical University "Kharkiv Polytechnic Institute"
Str. Frunze, 21, Kharkov, Ukraine, 61002
Tel.: (057)707-61-65, e-mail: alexs.danilenko@gmail.com
ORCID : 0000-0002-0089-3510

Rebenok Nikolaj, master
Natoinal Tehnical University "Kharkiv Polytechnic Institute"
Str. Frunze, 21, Kharkov, Ukraine, 61002
Tel.: (095)838-79-91, e-mail: malyk.mail.ru@mail.ru
ORCID : 0000-0002-4615-2785

Nizii Anton, master
Natoinal Tehnical University "Kharkiv Polytechnic Institute"
Str. Frunze, 21, Kharkov, Ukraine, 61002
Tel.: (096)0762312, e-mail: anton_nizy@ukr.net
ORCID : 0000-0002-0176-5334

Djakov Alexander, Cand.Tech.Sci., Dotcent
Natoinal Tehnical University "Kharkiv Polytechnic Institute"
Str. Frunze, 21, Kharkov, Ukraine, 61002
Tel.: (057)732-44-26, e-mail: djakov.alex.georg@gmail.com
ORCID : 0000-0002-8163-8019