



MSc DIPLOMAMUNKA

Diffúzió mérése fehérjék vizes oldatán

Iván Dávid

Témavezető: Bokor Mónika
Tudományos főmunkatárs
MTA Wigner Kutatóközpont
Kísérleti Szilárdtest-fizikai Osztály

Belső konzulens: Simon Ferenc
Egyetemi tanár
BME Fizika Tanszék

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

2015.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés és motiváció	4
2. Elméleti és technikai háttér	5
2.1. Magmágneses rezonancia (NMR)	5
2.1.1. Atommagok mágnessége	6
2.1.2. A Bloch-egyenletek	8
2.1.3. Az NMR alapjai	11
2.2. Diffúzió	14
2.3. Diffúzió mérése NMR technikával	17
2.3.1. Rádiófrekvenciás tekercsek	17
2.3.2. Gradiens tekercsek	19
2.3.3. Pulzus térgradiens(PFG) NMR	21
2.4. NMR-en alapuló képalkotás alapjai	22
3. Felhasznált eszközök	27
3.1. Az NMR berendezés	27
3.2. A hőmérséklet szabályozó rendszer	28
4. Eredmények és értelmezésük	29
4.1. Mérőfejek fejlesztése	29
4.1.1. Szobahőmérsékletű proton NMR-mérőfej fejlesztése	29
4.1.2. Hőmérsékletfüggő mérőfej fejlesztése	33
4.1.3. MRI mérőfej építése	37
4.2. Gradiens tekercsek készítése és karakterizálása	51
4.2.1. Maxwell-pár	51
4.2.2. Golay-tekercs	54
4.3. Diffúzió mérése	63
4.3.1. Desztillált víz	63

4.3.2. Lizozim vizes oldata	69
5. Konklúzió és kitekintés	73
A. Larmor-precesszió szögsebességének számítása	74
B. Az NMR spektrométer	76
C. Maxwell-pár terének számítása	79
D. Goley-tekerics terének számítása	81
Irodalomjegyzék	84

Köszönetnyilvánítás

Szeretném megköszönni Dr. Bokor Mónikának és Prof. Tompa Kálmánnak, hogy az elméleti háttér megismerésében sokat segítettek. Köszönöm Prof. Simon Ferencnek a dolgozatom átolvasását, továbbá a technikai és elméleti területeken nyújtott segítséget. Köszönöm Dr. Matus Péternek és Prof. Forró Lászlónak, hogy lehetővé tették a nyári gyakorlatot Lausanne-ban, és így elmélyíthettem ismereteimet a gradiens rendszerekből és a képkalkotásból. Köszönöm Prof. Kövér Katalin professzorasszonynak, hogy nekünk ajándékozta az Acustar gradiens vezérlőt. Köszönöm Dr. Simon Andrásnak, hogy a DRX konzolukból tartósan kölcsönadták a GCU vezérlő kártyát. Köszönöm a Fizika Tanszék minden munkatársának, hogy biztosították a munka elvégzéséhez szükséges körülményeket. Köszönöm Bacsa Sándornak, Horváth Bélának és Kovács Tamásnak a szükséges eszközök elkészítését, a gradiens tekercsek elkészítésében nyújtott segítséget, Kettinger Ádámnak és Karsa Anitának is a segítségét. Köszönöm Dr. Légrády Dávidnak a segítségét és támogatását. Köszönöm családom támogatását, és hogy mindenben mellettem álltak. Financial support by the European Research Council Grant Nr. ERC-259374-Sylo is acknowledged.

Témakiírás

Az élő szervezetekben zajló kémiai reakciók (pl. ligandum receptorhoz való kötődése, ion bekerülése az ioncsatornába, fehérje "feltekeredése") általában a fehérje és az azt körülvevő oldószer közötti határfelületen történnek. Az oldószer-molekulák (H_2O) és a jelen-lévő ionok (pl. Na^+ , PO_4^-) transzlációs diffúziós tulajdonságainak meghatározásával fontos információk kaphatóak a határfelülettel kapcsolatban. A diplomamunka célkitűzésének eléréséhez élő anyag modellként fehérjeoldatok, illetve madár szemlencsék szolgálnak. A transzlációs diffúzió jelenségét biológiai szempontokból többféle nuklidon (pl. ^1H , ^{23}Na , ^{31}P) is érdemes NMR-módszerrel tanulmányozni. A diplomamunka során a hallgató megismerkedik az NMR-spektroszkópiával, közreműködik a transzlációs diffúzió tanulmányozásához szükséges mágneses térgradiens előállításának technikai feltételeinek kialakításában, valamint az egyes nuklidfajtákon történő mérésekhez szükséges mérőfejek megépítésében és tökéletesítésében. A kapott eredmények nemzetközi együttműködésben végzett kutatások részét képezik.

Önállósági nyilatkozat

Alulírott Iván Dávid, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem fizika MSc szakos hallgatója kijelentem, hogy ezt a diplomamunkát meg nem engedett segédeszközök nélkül, saját magam készítettem, és csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan szövegrészt, ábrát, adatot, amelyet azonos értelemben, vagy szó szerint idézve más forrásból vettem át, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2015. május 24.

Iván Dávid

1. fejezet

Bevezetés és motiváció

Jelen diplomamunka, - amit kezében tart a Tisztelt Olvasó - a célkitűzésben foglalt nagyobb-ívű hazai élettudományi alapkutatás részét képezi, annak induló lépései közé tartozik. Kísérleti hátterét a Nukleáris Mágneses Rezonancia (NMR) spektrometria inhomogén (tudatosan inhomogénné tett) mágneses térben történő alkalmazása jelenti. Az inhomogén tér a Mágneses Rezonancián alapuló képalkotás (MRI), valamint a vizsgált objektumban fellépő transzlációs mozgások (pl. diffúzió), továbbá a véráramlás vizsgálatához nélkülözhetetlen, és a spektrometria időbeli és a mágneses tér mintához kötött térbeli információ összekötését biztosítja. A diplomamunka keretében az inhomogén teret (térgradienst) biztosító NMR mérőfej tervezése és felépítése volt a cél, továbbá egy olyan területen való konkrét alkalmazás bemutatása, ami az élettudomány aktuális kérdései közé tartozik. A mérőfej felépítésén túl, fehérje vizes oldat diffúziós tulajdonságainak a vizsgálatát kezdtük el. Mindkét lépés új kezdeményezésnek tekinthető hazánkban, és folytatásukat tervezzük a további munkánkban. A diffúziós állandó közvetlen mérése kibővíti a mérhető NMR jellemzők (spektrum-jellemzők, relaxációs sebességek) körét, és az aktivációs energia független meghatározásával a relaxációs idők értelmezésében nyithat új ablakot. A munka egyébként példa az egyetemi és akadémiai együttműködés hatékonyságára, és a különböző tudományterületek együttműködésére, ami biztosítja reális kérdések feltételét a konkrét kutatási célok kitűzésében.

2. fejezet

Elméleti és technikai háttér

2.1. Magmágneses rezonancia (NMR)

A magmágneses rezonancia az a fizikai jelenség, melynek során az atommagok külső mágneses térben elnyelnek, majd kibocsátanak elektromágneses sugárzást. Ennek alapjait több, mint hatvan éve F.Bloch és munkatársai a Stanford Egyetemen, valamint E.M.Purcell és munkatársai a Harvard Egyetemen egymástól függetlenül rakták le [1, 2]. A felfedezésért 1952-ben Nobel-díjat kaptak. Jól ismert a rezonanciafeltétel:

$$\omega = \gamma B, \tag{2.1}$$

ahol ω az alkalmazott elektromágneses tér körfrekvenciája, γ az atommag ún. *giromágneses tényezője*, és B a mágneses tér (indukció)¹ nagysága. Ez a rendkívül egyszerű összefüggés az alapja a magmágneses rezonancián alapuló méréseknek, képalkotásnak, diffúzió mérésének, stb. Ugyanis ha a mágneses teret helyfüggővé tesszük, például mágneses térgradienst alkalmazunk, akkor így írhatjuk át a fönti összefüggést:

$$\omega(\mathbf{r}) = \gamma B(\mathbf{r}), \tag{2.2}$$

vagyis a frekvencia helyfüggővé vált, és így lehetőségünk van térbeli információt kapni a mintáról.

¹Itt is, és a továbbiakban is mágneses térnek hívom a mágneses indukciót (jele B , mértékegysége $1 \frac{Vs}{m^2} = 1T$ (Tesla)).

2.1.1. Atommagok mágnessége

Már 1920-ban is ismert volt, hogy bizonyos atommagok ún. *spinnel* rendelkeznek, ami a klasszikus tengely körüli forgás megfelelője a kvantummechanikában. Mivel az atommagoknak töltése van, mozgó töltés pedig mágneses teret kelt, a spinnel rendelkező atommagok *mágneses momentummal*² is rendelkeznek. Ez a mágneses momentum természetesen kapcsolatban áll az impulzusmomentummal (perdülettel):

$$\boldsymbol{\mu} = \gamma \hbar \mathbf{I}, \quad (2.3)$$

ahol $\boldsymbol{\mu}$ az atommag mágneses momentuma, \mathbf{I} az impulzusmomentum. Az atommag mágneses momentumának természetes egysége a magmagneton³:

$$\mu_m = \frac{e\hbar}{2m_p} = 5,0508 \cdot 10^{-27} \text{Am}^2. \quad (2.4)$$

Külső mágneses térbe helyezve a mágneses momentumot, az precessziós mozgást fog végezni. Ezt az alábbi mozgásegyenlettel írhatjuk le:

$$\frac{d\boldsymbol{\mu}}{dt} = \gamma \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B}, \quad (2.5)$$

ahol \mathbf{B} a külső mágneses tér. Könnyen levezethető (lásd A. Függelék), hogy a precesszió szögsebessége $\omega_L = \gamma \cdot B$, az ún. *Larmor-körfrekvencia*. Különböző atommagoknak különböző nagyságú a giromágneses állandójuk, így adott mágneses térbe helyezve különböző frekvenciájú precessziót végeznek. A 2.1 táblázatban néhány atommag giromágneses tényezőjét találjuk.

Tekintsünk egy makroszkopikus mintát, amiben N_0 azonos spin van, és tegyük be homogén, \mathbf{B}_0 nagyságú mágneses térbe. A különböző energiaszintek betöltöttségét a Boltzmann eloszlás adja meg[3]:

$$N_m = c \cdot e^{-\frac{E_m}{k_B T}}, \quad (2.6)$$

ahol c egy normálási állandó, E_m az m -el jelölt energiaszint energiája, k_B a Boltzmann-állandó és T az abszolút hőmérséklet. Az összes állapotok száma $N_0 = \sum N_m$.

²A mágneses momentum extenzív mennyiség. Klasszikusan, egy r sugarú körvezetőben folyó I áram mágneses dipólnak felel meg, melynek van mágneses momentuma: $\mu = r^2 \pi I$. Mértékegysége tehát $[\mu] = \text{Am}^2$. A mágneses momentum egy vektor, ezért az előbbi egyenletet így írhatjuk: $\boldsymbol{\mu} = r^2 \pi I \mathbf{n}$, ahol \mathbf{n} a kör síkjára merőleges egységvektor, az áram körüljárási irányával jobbcavart alkot.

³Tekintsük a hidrogén atommagját, a protont. Ez egy feles spinű részecske, így mágneses momentuma $\mu = \gamma(^1H) \cdot \hbar \cdot \frac{1}{2} = 1,4106 \cdot 10^{-26} \text{Am}^2 = 2,79 \mu_m$.

Atommag	$\frac{\gamma}{2\pi} \left(\frac{\text{MHz}}{\text{T}} \right)$
^1H	42,576
^2H	6,536
^7Li	16,546
^{13}C	10,705
^{17}O	5,772
^{19}F	40,052
^{23}Na	11,262
^{31}P	17,235

2.1. táblázat. Néhány atommag giromágneses tényezője.

Egyensúlyban egy eredő mágnesezettség⁴ alakul ki, ezt a Curie-Langevin összefüggés adja meg[3, 4]:

$$\mathbf{M}_0 = \frac{\gamma^2 \hbar^2 I(I+1) N_0}{3k_B T} \mathbf{B}_0. \quad (2.7)$$

Mivel a proton spinje $\frac{1}{2}$, így két energiaállapotot tölthet be. Az egyik energia $E_+ = \mu B$, ez esetben a mágneses momentum ellenkező irányba mutat a mágneses térrel. A másik energia $E_- = -\mu B$, ez esetben pedig az irányok megegyeznek. A Boltzmann-eloszlás értelmében

$$\frac{N_+}{N_-} = \frac{c \cdot \exp\left(-\frac{\mu B}{k_B T}\right)}{c \cdot \exp\left(-\frac{-\mu B}{k_B T}\right)} = e^{-\frac{2\mu B}{k_B T}}. \quad (2.8)$$

Szobahőmérsékleten, 7 T mágneses térben:

$$\frac{N_+}{N_-} = 0,99995 \rightarrow N_+ = 0,4999875 \cdot N_0, N_- = 0,5000125 \cdot N_0 \rightarrow \Delta N = 25 \cdot 10^{-6} N_0. \quad (2.9)$$

Ez egyben azt is jelenti, hogy az összes mágneses momentum mindössze 25 milliomod része hozza létre az eredő mágnesezettséget!

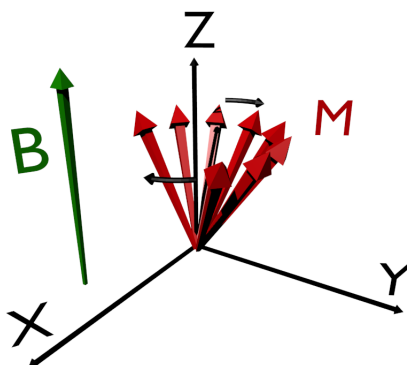
⁴A mágnesezettség egy intenzív fizikai mennyiség, a térfogategységre eső mágneses momentum: $\mathbf{M} = \frac{1}{V} \sum_i \boldsymbol{\mu}_i$.

2.1.2. A Bloch-egyenletek

Amint láttuk, mágneses térben a mágneses momentum precessziós mozgást végez. A továbbiakban a leíráshoz a makroszkopikus mágnesezettséget használjuk. A mozgásegyenlet:

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = \gamma \mathbf{M} \times \mathbf{B}. \quad (2.10)$$

\mathbf{B} iránya megegyezés szerint a z tengely irányába mutat. Ezért $\frac{dM_z}{dt} = 0$ és $\frac{d\mathbf{M}_\perp}{dt} = \gamma \mathbf{M}_\perp \times \mathbf{B}$. Tehát \mathbf{M} -nek a \mathbf{B} irányába eső komponense változatlan nagyságú, míg a merőleges komponens hosszát változatlanul hagyva forog a merőleges (transzverzális) síkban. Ezt az alábbi ábra szemlélteti, ami több egymás utáni időpontban mutatja a mágnesezettséget (piros nyilak).



2.1. ábra. A precessziós mozgás szemléltetése. Az \mathbf{M} mágnesezettség vektor a z irányú mágneses tér körül precessziós mozgást végez.

Ha egy olyan forgó koordinátarendszertől figyeljük ezt a mozgást, aminek szögsebessége Ω , és a $-z$ tengely körül forog, akkor azt látjuk, hogy a precesszió szögsebessége $\omega = \gamma B - \Omega = \gamma(B - \frac{\Omega}{\gamma}) = \gamma b_1$, $b_1 = B - \frac{\Omega}{\gamma}$. Így ha $\Omega = \gamma B$, akkor nem látunk precessziót, a külső tér hatását nem látjuk érvényesülni ebben a forgó rendszerben. Ez további egyszerűsödéshez vezet a mágnesezettség mozgásának leírásában.

A 2.1.1 alfejezetben láttuk, hogy külső mágneses térben létrejön egy egyensúlyi mágnesezettség. Azt is tudjuk, hogy ez a mágnesezettség precessziós mozgást végez. Hogyan lehetséges ezek után, hogy beáll egy egyensúlyi érték? Ha minden elemi mágnesezettség precessziós mozgást folytat, soha nem fognak beállni a mágneses térrel párhuzamos

irányba. Amit eddig nem vettünk figyelembe, az a *relaxáció*. Ennek fenomenológikus leírását F. Bloch adta meg[1]:

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B}) + \mathbf{R}, \quad (2.11)$$

ahol \mathbf{R} írja le a relaxációt:

$$\mathbf{R} = -\frac{1}{T_2}(M_x \cdot \mathbf{e}_x + M_y \cdot \mathbf{e}_y) - \frac{M_z - M_0}{T_1} \mathbf{e}_z, \quad (2.12)$$

\mathbf{e}_z iránya \mathbf{B} irányába mutat.

A (2.11) és (2.12) egyenleteket nevezzük Bloch-egyenleteknek. \mathbf{M}_0 az egyensúlyi mágneszettség vektora. T_1 és T_2 jelölik a fenomenológikus relaxációs időket, melyeket rendre spin-rács, illetve spin-spin relaxációs időnek nevezünk, de szokás még a longitudinális, illetve transzverzális relaxációs idő elnevezés is. Külön fölírhatjuk a mágneszettség z komponensére vonatkozó egyenletet, ha csak sztatikus tér van, ami z irányú:

$$\frac{dM_z}{dt} = \frac{M_0 - M_z}{T_1}. \quad (2.13)$$

Ez egy szétválasztható differenciálegyenlet, melynek megoldása

$$M_z(t) = M_z(0) \cdot e^{-\frac{t}{T_1}} + M_0 \cdot (1 - e^{-\frac{t}{T_1}}). \quad (2.14)$$

Tehát z irányban a mágneszettség exponenciálisan tart az egyensúlyi M_0 érték felé. A transzverzális síkban legyen \mathbf{M}_\perp a mágneszettség, így a mozgásegyenlet:

$$\frac{d\mathbf{M}_\perp}{dt} = \gamma \mathbf{M}_\perp \times \mathbf{B} - \frac{1}{T_2} \cdot \mathbf{M}_\perp. \quad (2.15)$$

Ennek megoldása, külön írva az x és y komponenseket:

$$M_x(t) = e^{-\frac{t}{T_2}} \cdot (M_x(0) \cos(\omega_0 t) + M_y(0) \sin(\omega_0 t)), \quad (2.16)$$

$$M_y(t) = e^{-\frac{t}{T_2}} \cdot (M_y(0) \cos(\omega_0 t) - M_x(0) \sin(\omega_0 t)), \quad (2.17)$$

ahol bevezettük az $\omega_0 = \gamma B$ jelölést a Larmor-körfrekvenciára. Egyszerűbb leírást tesz lehetővé, ha áttérünk a komplex alakra:

$$M_+ = M_x + iM_y. \quad (2.18)$$

Ezzel pedig

$$M_+(t) = e^{-i\omega_0 t - \frac{t}{T_2}} \cdot M_+(0). \quad (2.19)$$

Tekintsünk most egy állandó \mathbf{B}_0 és egy hozzá képest kicsi, váltakozó, $\mathbf{B}_1(\omega)$ összetevőkből álló mágneses teret: $\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + \mathbf{B}_1(\omega)$, és oldjuk meg a fönti Bloch-egyenleteket[5, 6]. A B_1 tér irányával együtt forgó koordinátarendszerben:

$$M'_x = \frac{\chi_0 \omega_0 T_2}{\mu_0} \cdot \frac{(\omega_0 - \omega) T_2}{1 + (\omega - \omega_0)^2 T_2^2} B_1, \quad (2.20)$$

$$M'_y = \frac{\chi_0 \omega_0 T_2}{\mu_0} \cdot \frac{1}{1 + (\omega - \omega_0)^2 T_2^2} B_1. \quad (2.21)$$

Itt ' -vel jelöltük a forgó rendszerbeli mennyiségeket. Az átmenet frekvenciája $\omega_0 = \gamma B_0$, az egyensúlyi mágnesezettség pedig $M_0 = \frac{\chi_0 B_0}{\mu_0}$, a χ_0 statikus spinszuszeptibilitás függvénye.

Visszatérve az álló rendszerbe, írhatjuk, hogy

$$M_x(t) = M'_x \cos(\omega t) + M'_y \sin(\omega t) = (\chi' \cos(\omega t) + \chi'' \sin(\omega t)) B_{x_0} = \chi B_x(t), \quad (2.22)$$

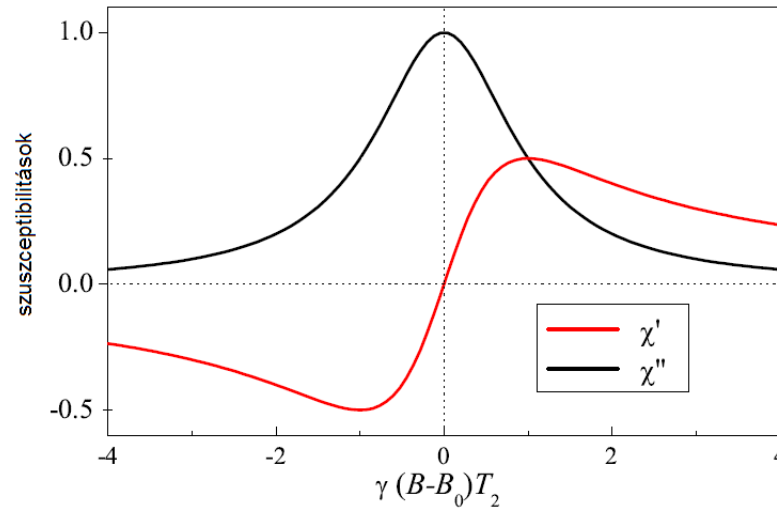
ahol bevezettük az ún. *dinamikus szuszceptibilitást*:

$$\chi = \chi' - i\chi''. \quad (2.23)$$

Az átmenetet egy cirkulárisan polarizált tér okozza[5]. Mivel az alkalmazott B_x lineárisan polarizált, ami fölírható két cirkulárisan polarizált szuperpozíciójaként, ezért csak az egyik összetevő okoz átmenetet. A szuszceptibilitás valós és képzetes része a rendszer rugalmas, illetve disszipatív válaszát adja meg. Ezeket nevezik diszperzív és abszorpciós válaszoknak is. E két mennyiséget a Kramers–Kronig-reláció köti össze, és értékük:

$$\chi'(\omega) = \chi_0 \omega_0 T_2 \frac{(\omega_0 - \omega) T_2}{1 + (\omega_0 - \omega)^2 T_2^2}, \quad (2.24)$$

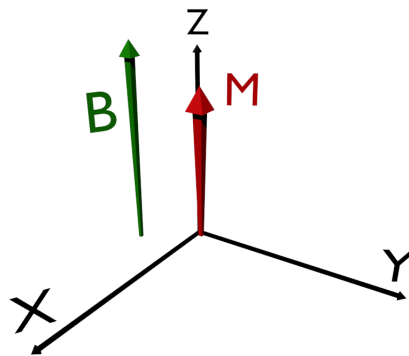
$$\chi''(\omega) = \chi_0 \omega_0 T_2 \frac{1}{1 + (\omega_0 - \omega)^2 T_2^2}. \quad (2.25)$$



2.2. ábra. A dinamikus szuszeptibilitás valós (rugalmas) és képzetes (disszipatív) részei [6]

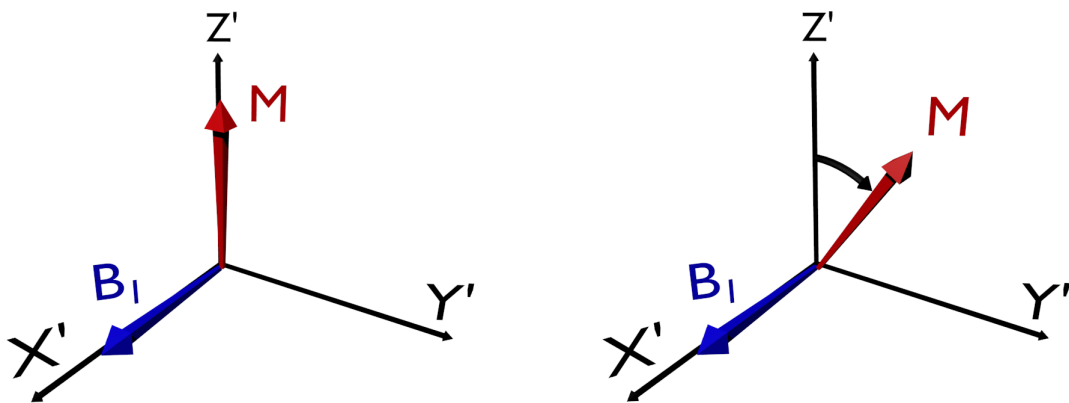
2.1.3. Az NMR alapjai

Láttuk, hogy a jelenségeket kétféle rendszerből nézhetjük. Az egyik a laboratórium ún. *álló* rendszere, a másik pedig a *forgó* rendszer. Ez a Larmor-frekvenciával forog, így a mágnesezettséget állni látjuk. Így ebben a rendszerben nem érvényesül a külső mágneses tér hatása.



2.3. ábra. Egyensúly állapota az álló rendszerből nézve. Az \mathbf{M} mágnesezettség vektor a z irányú mágneses tér irányába mutat.

Miután a mágnesezettség vektora beállt egyensúlyi helyzetébe, lehetőségünk van azt kibillenteni tetszőleges szöggel. Ezt egy olyan mágneses térrel érhetjük el, ami a transzverzális síkban a mágnesezettséggel együtt forog a Larmor-frekvenciával. Ha ezt a forgó rendszerből nézzük, akkor azt fogjuk látni, hogy ez a B_1 tér egy irányba mutat, a mágnesezettség pedig e körül precesszál. Ennek a szögsebessége $\omega_1 = \gamma B_1$, így t idő elteltével $\Theta = \gamma B_1 t$ szöget fordult el a mágnesezettség az egyensúlyi helyzetétől számítva. Tehát megfelelő nagyságú ilyen teret megfelelő ideig bekapcsolva tetszőleges szöggel elforgathatjuk a mágnesezettséget.



2.4. ábra. A mágnesezettség kibillentése egyensúlyi helyzetéből. Kezdetben z irányú a mágnesezettség (bal oldali ábra), majd t idő múlva szöget zár be a z tengellyel (jobb oldali ábra).

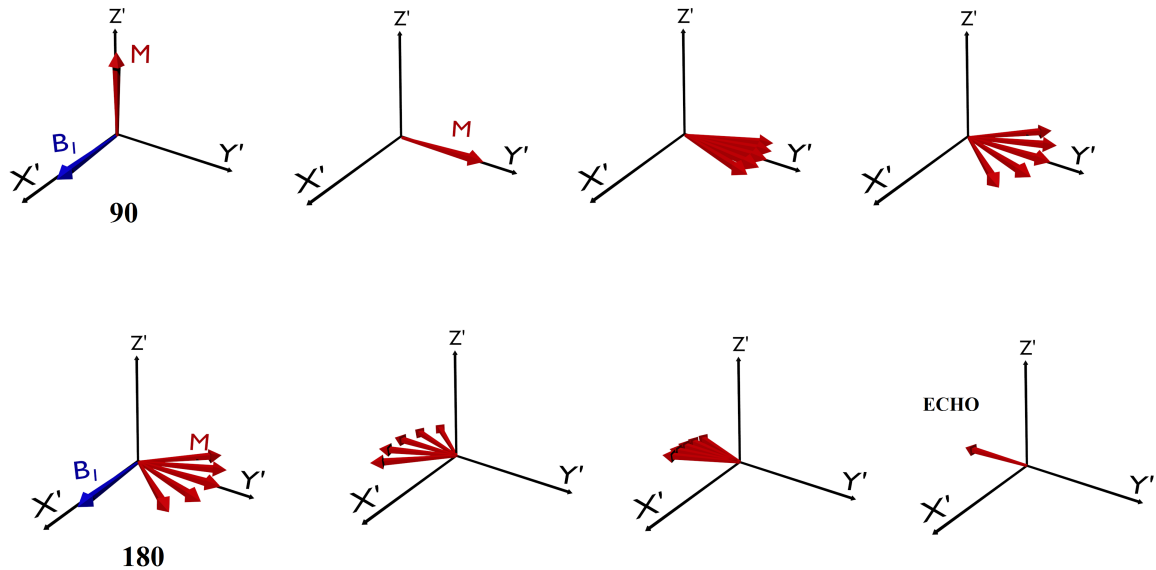
Alapvető NMR-szekvencia, amikor a mágnesezettséget 90° -kal billentjük ki, majd mérünk. A mért jelet nevezzük FID-nek, a *free induction decay* rövidítéséből. Exponenciálisan lecsengő jelet kapunk. Viszont ennek a lecsengése nem a T_2 transzverzális relaxációs idő, hanem bizonyos T_2^* , ami az alábbi összefüggésben áll T_2 -vel:

$$\frac{1}{T_2^*} = \frac{1}{T_2} + \frac{1}{T_2'} \quad (2.26)$$

T_2' oka elsősorban a mágneses tér inhomogenitása. Bármennyire is igyekeznek a gyártók olyan mágneseket gyártani, amik homogén teret hoznak létre, a gyakorlatban sosem lesz tökéletesen homogén a tér. Ennek következtében lesznek olyan momentumok, amik gyorsabban, mások lassabban precesszálnak attól függően, hogy kisebb vagy nagyobb teret érzékelnek a helyükön. Lehetőség van bizonyos mértékig javítani a homogenitáson a beépített tekercsek segítségével (ezek a *shimming* tekercsek). Mindenesetre a jel sokkal

hamarabb eltűnik, mint hogy a T_2 spin-spin relaxációs idő miatt eltűnne a mágnesezettség transzverzális komponense.

Lehetőség van ezt a folyamatot visszafordítani. Ha egy 180° -os pulzust adunk a mintára, τ idővel azután, hogy egy 90° -os pulzussal gerjesztettük, akkor minden spin fázisa negálódik. Így a második pulzus után ugyancsak τ idő múlva a momentumok újra fázisban lesznek, és egy ún. *echo* jelet kapunk. A 2.5 ábrásor ezt szemlélteti.



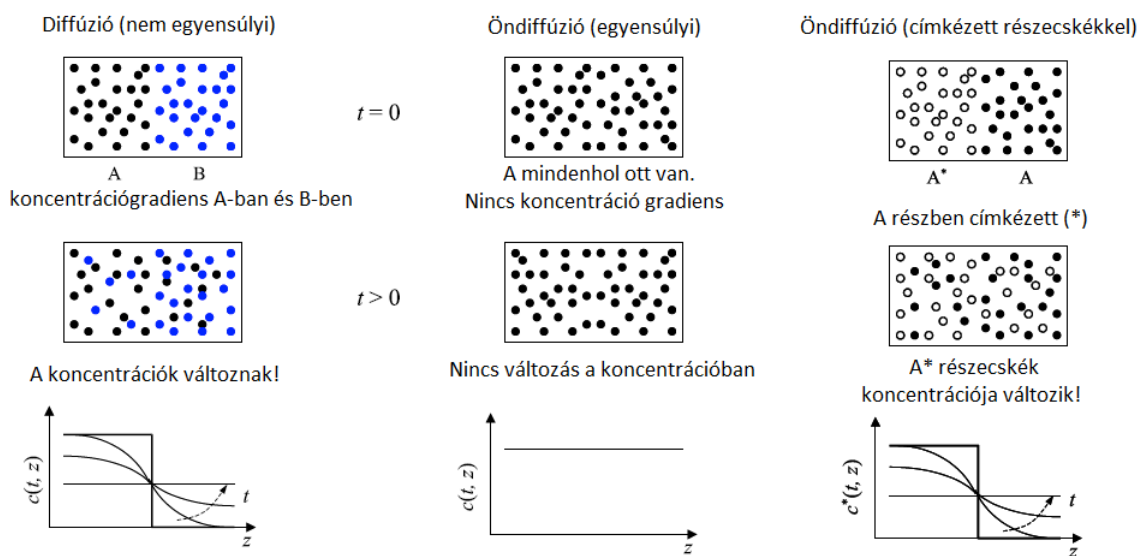
2.5. ábra. A spin echo szemléltetése a forgó koordináta rendszerből nézve. a) 90° -os pulzus X' mentén, b) ennek hatására a mágnesezettség Y' irányú. c), d) a mágnesezettség szétterül, elveszti koherenciáját. e) 180° -os pulzus X' mentén, f), g) a koherencia kezd helyreállni, i) újból teljes a koherencia, megjelenik a spin echo jel.

Az így kapott echo jel különböző τ késleltetésekkel felvett amplitúdójának csökkenése már a valódi, spin-spin relaxációs idő szerint megy végbe. Így lehetőség adódik T_2 mérésére. Különböző τ idővel veszünk fel echo-t, és az amplitúdókra exponenciálist illesztve adódik a relaxációs idő. Figyelembeveendő szempont, hogy két mérés között legalább $5 \cdot T_1$ időt kell várni, meg kell ugyanis várni, míg visszaáll a termikus egyensúly. Ezt a várakozási időt kiiktathatjuk, ha egyetlen mérés alatt több 180° -os pulzust adunk le, és így módon több echo jel keletkezik. Ezt hívjuk *Carr-Purcell*, röviden CP szekvenciának. A méréseknél CPMG (Carr-Purcell-Meiboom-Gill) szekvenciát használtam, ami annyiban különbözik a CP-től, hogy a 180° -os pulzusok rendre $+Y$ és $-Y$ tengelyek mentén hatnak váltakozva. Ennek előnye, hogy az esetleges fázishibák (például nem tökéletesen 180° -os a pulzus) kioltják egymást.

2.2. Diffúzió

A diffúzió, ami az anyagot alkotó molekulák véletlenszerű mozgása következtében létrejövő transzport jelenség, alapvető fontosságú a technológiában és az iparban. Tulajdonképpen minden anyagban előfordul, és hatalmas időskálán mozog, egészen a femtomásodperctől a néhány évig terjedően.[7]

Tekintsünk egy rendszert, amiben kétféle, mozgékony részecske van, kezdetben egyenlőtlenül elosztva. A diffúzió során a részecskék eloszlása tart a homogén eloszláshoz, ahogy telik az idő. Ezt a folyamatot nevezzük *transzlációs diffúzió*nak. Legyen most csak egy fajta részecskék. Ha makroszkopikus skálán tekintünk a rendszerre, nem látjuk, hogy a koncentráció változna térben vagy időben. Viszont jelöljük meg képzeletben az egyik felét a részecskéknek úgy, ahogy a 2.6 ábrán is látható. Ekkor ezen jelölt részecskék koncentrációja már változni fog, és tart a homogén, egyenletes eloszláshoz. Ezt nevezzük *öndiffúzió*nak.



2.6. ábra. Transzlációs diffúzió és öndiffúzió szemléltetése[7]

Ha a megjelölt részecskék koncentrációja $c(\mathbf{r}, t)$, akkor az alábbi differenciálegyenletet írhatjuk föl:

$$\mathbf{j}(\mathbf{r}, t) = -D \cdot \text{grad}(c(\mathbf{r}, t)), \quad (2.27)$$

ahol $\mathbf{j}(\mathbf{r}, t)$ a részecskeáram, D a diffúziós együttható. A (2.27) egyenletet Fick első törvényének nevezzük. A kontinuitási egyenletet az alábbi formában írhatjuk:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = -\text{div} \mathbf{j}. \quad (2.28)$$

Ezt összevetve Fick első törvényével, kapjuk Fick második törvényét, más néven a diffúziós egyenletet:

$$\frac{\partial c(\mathbf{r}, t)}{\partial t} = D \Delta c(\mathbf{r}, t), \quad (2.29)$$

ahol Δ jelöli a Laplace-operátort. Noha ezek alapján anyagáramlás csak akkor van, ha létezik koncentrációgradiens, valójában a részecskék akkor is mozognak, ha a koncentráció állandó, nincs gradiens. Erre enged következtetni a Brown-mozgás tanulmányozása is, ezt láttuk a fenti példában, mint öndiffúzió. Einstein megmutatta[8], hogy a diffúziós állandót az alábbi formulával fejezhetjük ki:

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta R}. \quad (2.30)$$

Itt k_B a Boltzmann-állandó, T az abszolút hőmérséklet, η a folyadék viszkozitása és R a részecskék átlagos sugara.

Fick törvényei determinisztikusak. Nyilvánvaló azonban, hogy mikroszkopikus skálán, a részecskék szintjén valószínűségi leírás szükséges. Ehhez tekintsük a $P(\mathbf{r}, t|\mathbf{r}')$ feltételes valószínűség sűrűséget, ami megadja, hogy a $t = 0$ pillanatban az \mathbf{r}' helyen tartózkodó részecske mekkora valószínűséggel lesz t idő múlva az \mathbf{r} pontban. Ennek segítségével kifejezhetjük a koncentrációt:

$$c(\mathbf{r}, t) = \int c(\mathbf{r}', 0) P(\mathbf{r}, t|\mathbf{r}') d^3 \mathbf{r}'. \quad (2.31)$$

Mivel a koncentráció a Fick-törvényeknek engedelmeskedik, ezért a valószínűség sűrűségfüggvényre is ez lesz igaz, mégpedig:

$$\frac{\partial}{\partial t} P(\mathbf{r}, t|\mathbf{r}') = D \cdot \Delta P(\mathbf{r}, t|\mathbf{r}'). \quad (2.32)$$

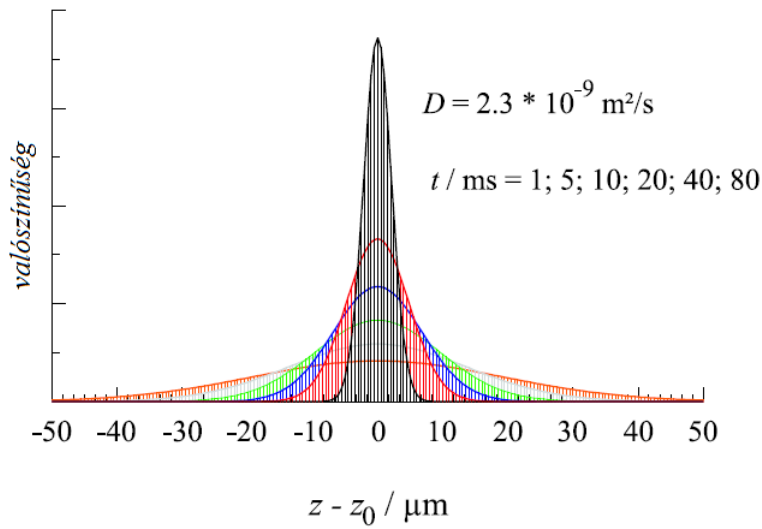
A kezdeti feltétel $P(\mathbf{r}, 0|\mathbf{r}') = \delta(\mathbf{r}' - \mathbf{r})$, azaz kezdetben adott pontból, az \mathbf{r}' pontból indul a részecske. Megoldva a differenciálegyenletet kapjuk, hogy

$$P(\mathbf{r}, t | \mathbf{r}') = \frac{1}{(4\pi Dt)^{3/2}} \cdot \exp\left(-\frac{(\mathbf{r} - \mathbf{r}')^2}{4Dt}\right), \quad (2.33)$$

ami nem más, mint egy Gauss-függvény. Egy dimenzióban megoldva az alábbi kapjuk:

$$P(z, t | z') = \frac{1}{\sqrt{4\pi Dt}} \exp\left(-\frac{(z - z')^2}{4Dt}\right). \quad (2.34)$$

Ezt illusztrálja a 2.7 ábra, a mérés szempontjából releváns méretekkkel és időtartományokkal.



2.7. ábra. Koncentráció változása öndiffúzió következtében vízben[7]

Az átlagos szórásnégyzet három dimenzióban $\langle (\mathbf{r}' - \mathbf{r})^2 \rangle = 6Dt$, míg egy dimenzióban $\langle (z' - z)^2 \rangle = 2Dt$. Így a diffúziós együtthatót három dimenzióban így is definiálhatjuk:

$$D = \frac{1}{6} \lim_{t \rightarrow \infty} \frac{\partial}{\partial t} \langle (\mathbf{r} - \mathbf{r}')^2 \rangle. \quad (2.35)$$

Míg egy dimenzióban:

$$D = \frac{1}{2} \lim_{t \rightarrow \infty} \frac{\partial}{\partial t} \langle (z - z')^2 \rangle. \quad (2.36)$$

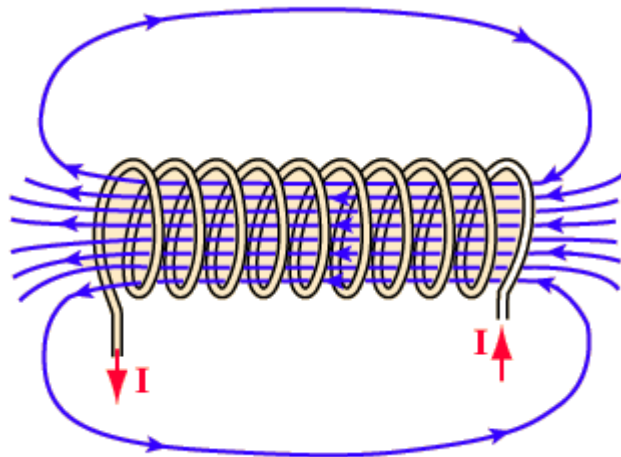
2.3. Diffúzió mérése NMR technikával

2.3.1. Rádiófrekvenciás tekercsek

A rádiófrekvenciás (RF) tekercssel adjuk le a mintára az RF pulzusokat. Ez az adó tekercs. Egy vevő tekercssel pedig a mintáról érkező jelet detektáljuk. Az NMR mérőfejen ez a két tekercs egy és ugyanaz. A rádiófrekvenciás tekercsek nagy fejlődésen mentek keresztül az utóbbi évtizedekben, az egyszerű szolenoidtól a modern MRI komplex többsatornás adó és vevőtekercs[9].

Szolenoid tekercs

Az NMR mérőfejen egyszerű szolenoid tekercset használunk, ami egyszerre adó és vevő tekercs is.



2.8. ábra. Szolenoid tekercs sematikus ábrája[10]

A tekercs által létrehozott mágneses tér közelítőleg homogén, és nagysága

$$B = \mu_0 \frac{NI}{L}, \quad (2.37)$$

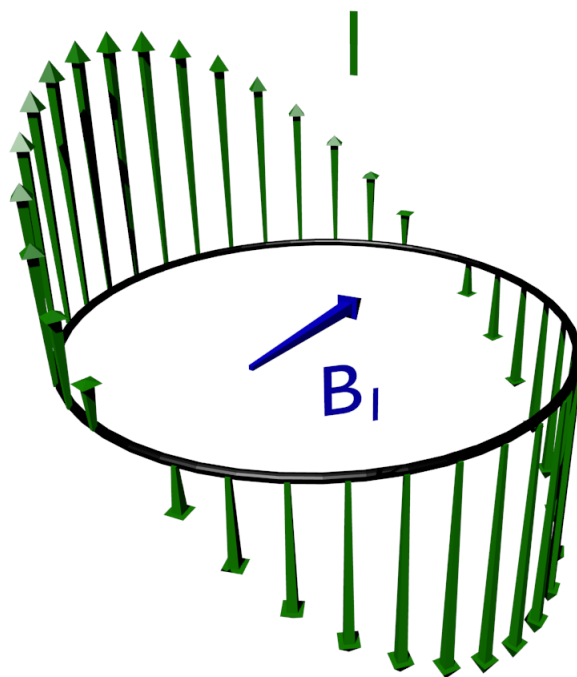
ahol μ_0 a vákuum permeabilitása, N a tekercs menetszáma, I a vezetéken átfolyó áram erőssége, L a tekercs hossza. Valójában ez az összefüggés csak közelítő formula, kis menetszámú tekercsek esetén csak nagyságrendi becslést tesz lehetővé.



2.9. ábra. Szolenoid tekercs NMR mérőfejhez

Kalitka tekercs

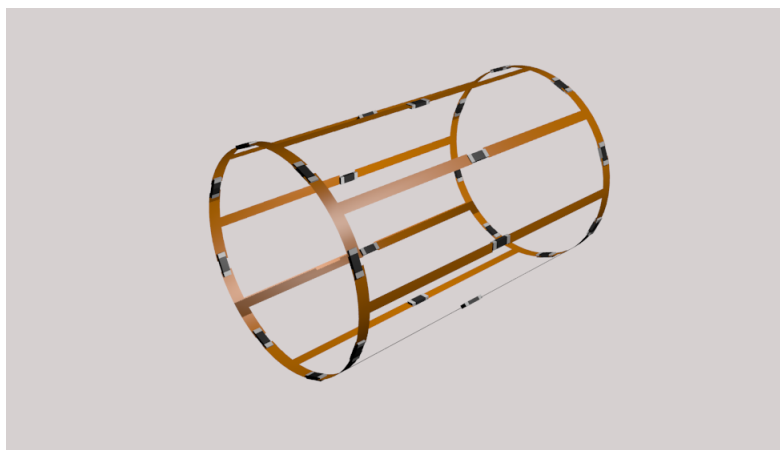
MRI-nél a szolenoid tekercs több szempontból sem hatékony. A szolenoid tekercs a tengelyével párhuzamos teret hoz létre, tomográfiához célszerű lenne az olyan tekercs, ami a tengelyére merőlegesen hoz létre teret, hogy megfelelő legyen a tér kihasználása. Ez lehetséges, ha egy henger felületén olyan áramokat folytatunk, melyek nagysága szinuszosan változik a szöggel[11]. A 2.10 ábra ezt szemlélteti.



2.10. ábra. Szinuszos árameloszlás henger palástján homogén mágneses teret hoz létre a henger belsejében.

Ezt az elrendezést az ún. *kalitka-tekercssel* (angol szakirodalomban *birdcage*) lehet

megvalósítani. A rádiófrekvenciás kalitka-tekercest széleskörben használják az MRI berendezésekben, hiszen nagyon homogén teret tudnak létrehozni, magas jel/zaj aránnyal[11]. Továbbá kvadratúra gerjesztés is megvalósítható, így cirkulárisan poláros teret hoz létre, növelve a rádiófrekvenciás teljesítmény hatékonyságát.



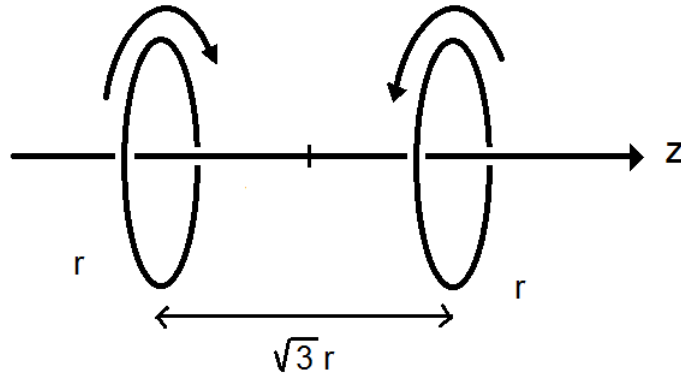
2.11. ábra. A kalitka tekerces sematikus vázlata.

2.3.2. Gradiens tekercsek

Diffúzió méréséhez, és képalkotáshoz elengedhetetlen, hogy mágneses térgradienst hozzunk létre. Az alábbiakban röviden bemutatásra kerül két féle tekerces, amik alkalmasak gradiens létrehozására.

Maxwell-pár tekercs

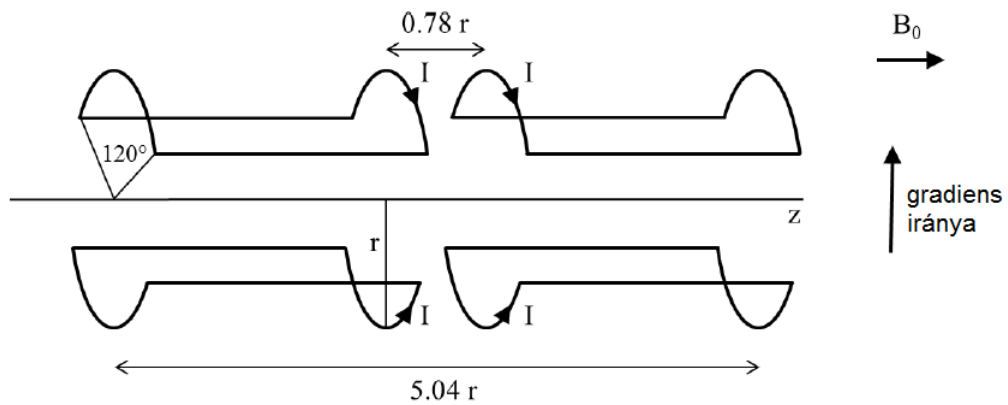
z irányú gradiens létrehozásához alkalmazhatjuk a Maxwell-párt. A 2.12 ábrán láthatjuk a geometriai méreteit és az áramok irányát. Mindkét tekercsben azonos nagyságú, de ellenkező irányú áram folyik.



2.12. ábra. Maxwell-pár sematikus rajza. A két szemben lévő köráram ellentétes irányú. Ennek következtében a középpontban lévő mágneses tér pontosan nulla, és z irányú mágneses térgradienst hoznak létre.

Golay-tekerecs

Ez a tekercs azért hasznos a számunkra, mert a minta vízszintes orientációjú, és akkor hatékony a mérés, ha a gradiens a minta hosszirányába mutat, hiszen a mágneses tér változása a minta mentén így a legnagyobb. Ennél tehát a gradiens iránya merőleges a létrehozott mágneses tér irányára. Ez azt jelenti, hogy míg a tér z irányú, y irányban változik a nagysága. A 2.13 ábrán láthatjuk a sematikus rajzát ennek a tekercsnek, ami tulajdonképpen nem más, mind négy darab nyereg tekercs. Az alkalmazás során a henger fő tengelye (tehát a z tengely) függőleges irányú.



2.13. ábra. Golay-tekerecs sematikus rajza.[12]

2.3.3. Pulzus térgradiens(PFG) NMR

Ahhoz, hogy a mintában jelenlévő translációs mozgásokat ki tudjuk mutatni, szükséges, hogy térbeli információt kapjunk valamilyen módon a mintáról. Ezt a fentiekben ismertetett gradiens tekercsekkel lehet megvalósítani. Ezek a \mathbf{B}_0 polarizációs térnél sokkal kisebb teret hoznak létre, és ez a létrehozott tér párhuzamos \mathbf{B}_0 -val. A merőleges komponensnek csupán egy csekély forgató hatása van az eredő mágneses térre, amit elhanyagolhatunk. Az eredő tér így:

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}) = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ B_0 + \mathbf{g} \cdot \mathbf{r} \end{bmatrix}, \quad (2.38)$$

ahol \mathbf{g} jelöli a mágneses térgradienst, aminek nagysága és iránya is van, tehát ez egy vektor. Mágneses térgradiens jelenlétében a Larmor-frekvencia helyfüggő lesz, amit így írhatunk:

$$\omega(\mathbf{r}) = \gamma B_0 + \gamma \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}. \quad (2.39)$$

A diffúzió hatását Torrey után úgy vehetjük figyelembe, hogy a Bloch-egyenleteket módosítjuk egy hozzáadott taggal[13]. A transzverzális mágnesezettség mozgásegyenlete így alakul a komplex írásmódot használva:

$$\frac{dM_+}{dt} = -i\gamma \mathbf{g} \cdot \mathbf{r} M_+ + D \cdot \Delta M_+ - \frac{1}{T_2} M_+. \quad (2.40)$$

M_+ mind a térnek mind az időnek függvénye. Az egyenletet megoldhatjuk az alábbi próbafüggvény behelyettesítésével[8]

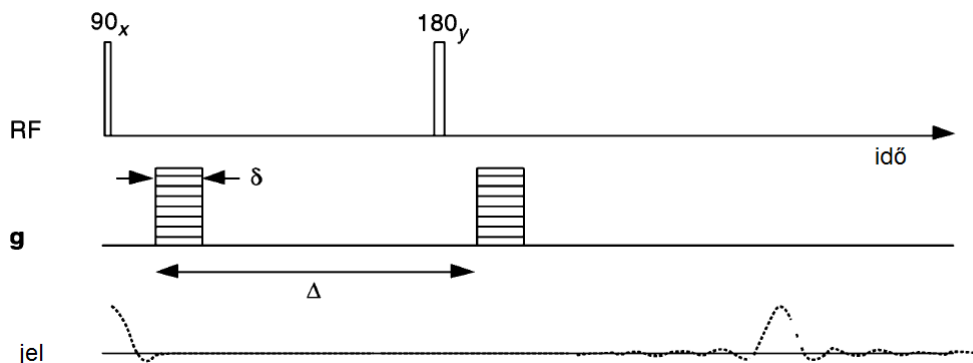
$$M_+(\mathbf{r}, t) = E(t) \exp\left(-i\gamma \mathbf{r} \cdot \int_0^t \mathbf{g}(t') dt'\right) \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right). \quad (2.41)$$

A megoldás az echo amplitúdó csökkenését adja meg:

$$E(t) = \exp\left(-D\gamma^2 \int_0^t \left(\int_0^{t'} \mathbf{g}(t'') dt''\right)^2 dt'\right). \quad (2.42)$$

Ha nincs diffúzió, akkor $D = 0$, így $E = 1$, az echo amplitúdó változatlan.

Stejskal és Tanner javasolták a 2.14 ábrán is látható szekvenciát[14]. A kezdeti 90° -os pulzust követ egy 180° -os, így kapunk egy echo jelet. Közben két pulzus gradiens jelenik meg, ami az echo amplitúdó csökkenéséhez vezet, ha van diffúzió a mintában.



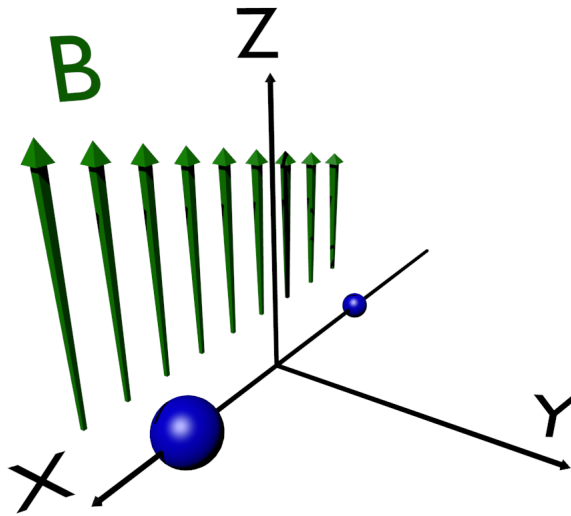
2.14. ábra. Pulzus térgradiens spin echo diffúzió méréséhez. A felső idősoron az RF pulzusokat láthatjuk. Ez nem más, mint egy egyszerű spin echo szekvencia. A középső idősoron a mágneses térgradiens pulzusokat láthatjuk, a két pulzus közti diffúzió eredményezi a spin echo amplitúdójának csökkenését.[8]

Könnyen megmutatható, hogy ebben a szekvenciában az amplitúdó csökkenése[8]:

$$E \equiv \frac{I_{\text{echo}}(G)}{I_{\text{echo}}(G=0)} = \exp(-\gamma^2 g^2 \delta^2 D(\Delta - \delta/3)). \quad (2.43)$$

2.4. NMR-en alapuló képalkotás alapjai

A képalkotás alapjainak megértéséhez hagyjunk figyelmen kívül minden zavaró tényezőt, és csak arra összpontosítsunk, ami lényeges a megértéshez. Így nem vesszünk figyelembe semmilyen relaxációt, térinhomogenitást, fázishibákat. Kezdjük a legegyszerűbb esettel, az egy dimenziós képalkotással. A kezdeti 90° -os pulzus után kapcsoljunk be egy mágneses térgradienst, x irányban. Ekkor $B_z(x) = B_0 + g \cdot x$, és így a Larmor-körfrekvencia $\omega(x) = \gamma B_0 + \gamma g \cdot x$. A különböző helyeken lévő mágneses magmomentumok más és más teret érzékelnek, így más és más, helytől függő frekvenciájú jelet bocsátanak ki. Ezt szemlélteti a 2.15 ábra.



2.15. ábra. A mágneses térgradiens szemléltetése. A mágneses tér mindenhol z irányú, azonban a nagysága az x tengely mentén lineárisan változik. A kék gömbök anyagdarabok, amik NMR jelet szolgáltatnak.

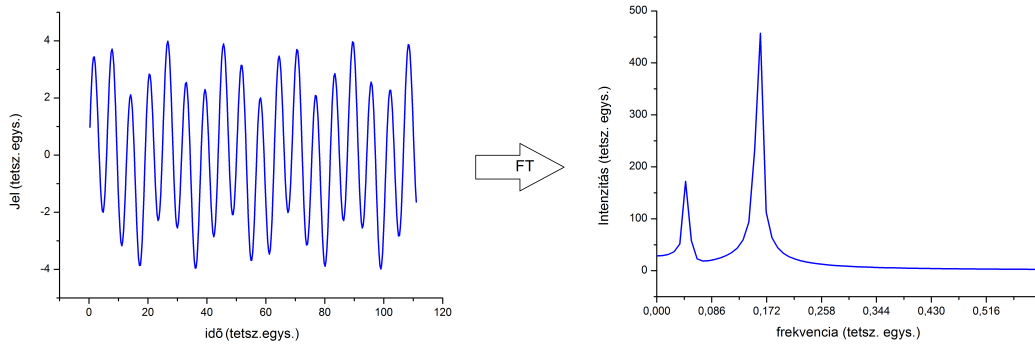
Ha meg tudnánk állapítani, hogy a mért jelben milyen arányban szerepelnek az egyes frekvenciák, meg tudnánk mondani, hogy hol milyen sűrű a spinek eloszlása, azaz egydimenziós képet kaphatnánk a mintáról. Ezt a műveletet a Fourier-transzformáció segítségével végezhetjük el. Egy $g(t)$ jel Fourier-transzformáltja $G(f)$, f a frekvencia:

$$G(f) = \int_{-\infty}^{\infty} g(t) \cdot e^{-i2\pi ft} dt. \quad (2.44)$$

A transzformált jelből visszakaphatjuk az eredeti jelet is:

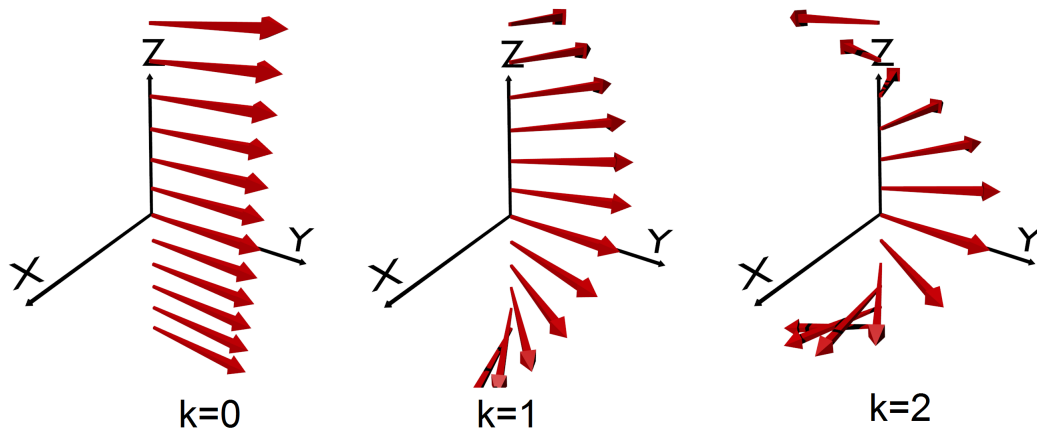
$$g(t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} G(f) \cdot e^{i2\pi ft} df. \quad (2.45)$$

Egy példát láthatunk a 2.16 ábrán. A 2.15 ábrán látható két kis gömb két különböző frekvencián ad jelet, más intenzitással. Fourier-transzformáció után megkapjuk azt az információt, hogy mekkora frekvenciák milyen nagy súllyal szerepelnek a jelben. Ez egyben a mintáról alkotott egydimenziós kép.



2.16. ábra. A kapott jel, és a Fourier transzformáció után kapott spektrum. A jel két különböző frekvenciájú szinusz összege, ennek Fourier transzformáltja két csúcs az adott frekvenciáknál.

Fontos és célszerű bevezetnünk az ún. k -tér fogalmát. Amint látni fogjuk, a k -tér ugyanolyan viszonyban áll a konfigurációs térrel, mint a frekvencia az idővel, azaz a kettőt a Fourier-transzformáció köti össze. A kezdeti 90° -os pulzus során minden mágneses momentumot leforgattunk a transzverzális (x - y) síkba, mondjuk az y tengelyre. A forgó rendszerből nézve, gradiens nélkül, és minden mágneses térinhomogenitás nélkül a momentumok egységesen ugyanabba az irányba mutatnak, fázisuk nulla. Ha bekapcsolunk egy gradiens teret, akkor a helytől függően különböző fázist kapnak a mágnesezettség vektorok, ezt láthatjuk a 2.17 ábrán.



2.17. ábra. A k -tér. $k=0$ -nál minden momentum egy irányba mutat.

A felvett fázis:

$$\phi(\mathbf{r}, t) = \int_0^t \Delta\omega(\mathbf{r}, t') dt' = \int_0^t \gamma \mathbf{g}(t') \cdot \mathbf{r} dt' = 2\pi \frac{\gamma}{2\pi} \int_0^t \mathbf{g}(t') dt' \cdot \mathbf{r}. \quad (2.46)$$

Vezessük most be az alábbi mennyiséget:

$$\mathbf{k}(t) = \frac{\gamma}{2\pi} \int_0^t \mathbf{g}(t') dt'. \quad (2.47)$$

Ennek segítségével a fázis az alábbi alakra egyszerűsödik:

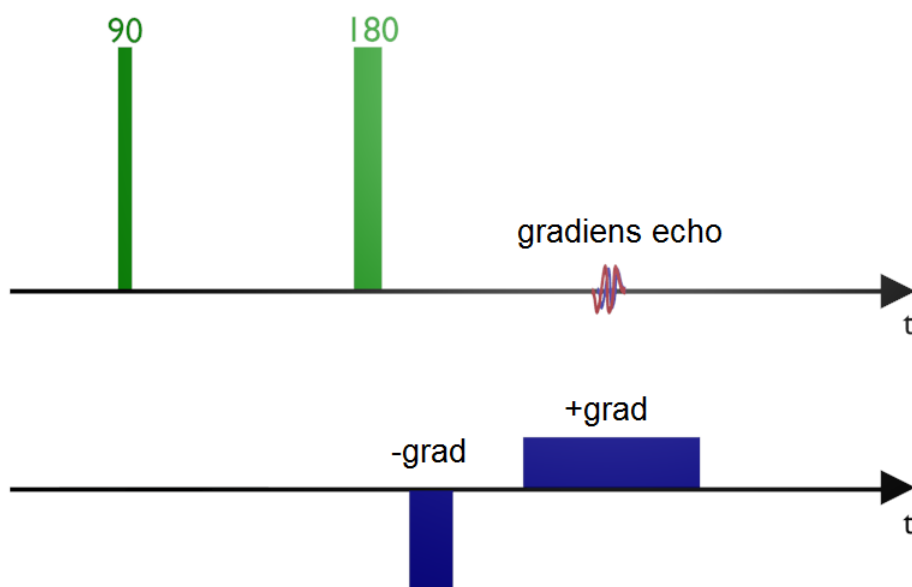
$$\phi(\mathbf{r}, t) = 2\pi \mathbf{k}(t) \cdot \mathbf{r}. \quad (2.48)$$

A mért jel arányos az egyes momentumok fázishelyes összegével[15]. Komplex formalizmust használva:

$$S \propto \int \rho(\mathbf{r}) e^{-i\phi(\mathbf{r}, t)} d^3\mathbf{r} = \int \rho(\mathbf{r}) e^{-i2\pi \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}} d^3\mathbf{r}. \quad (2.49)$$

Azt kaptuk tehát, hogy a mért jel a mágneses momentumok sűrűségének Fourier-transzformáltja. Hogyan készítünk ezek után egydimenziós képet a mintáról? A k -térben tudunk mérni, és célszerű lenne a $k = 0$ környékét megmérni. Ezt úgy érhetjük el, hogy először alkalmazunk egy olyan gradienst, amivel eljutunk a $k = -k_{max}$ helyre, majd bekapcsolunk egy kiolvasó gradienst, ami alatt mérünk, és $-k_{max}$ -tól k_{max} -ig jutunk el. Amikor a $k = 0$ ponton átmegyünk, kapunk egy ún. *gradiens echo* jelet. Ez analóg a spin echo jellel, csak itt a gradiens irányváltoztatása miatt kapunk jelet, a spin echonál pedig a fázis negálása miatt.

A kezdeti 90° -os RF pulzus után érdemes egy 180° -os refókuszáló pulzust is adni a mintának, és a gradienseket úgy időzíteni, hogy a $k = 0$ ponton akkor menjen át a mérés, amikor a spin echo-t kapjuk. Ez csupán azért kell, hogy a relaxációs folyamatok ne rontsák el a képalkotást. A 2.18 ábrán ezt a pulzusszekvenciát láthatjuk.



2.18. ábra. Szekvencia a gradiens echo előállításához. Az első, negatív irányú gradiens dekoherenciát eredményez, a k -térben a negatív irányba történő mozgást idézi elő. A második, kiolvasó gradiens az ellenkező irányú mozgást szolgáltatja a k térben.

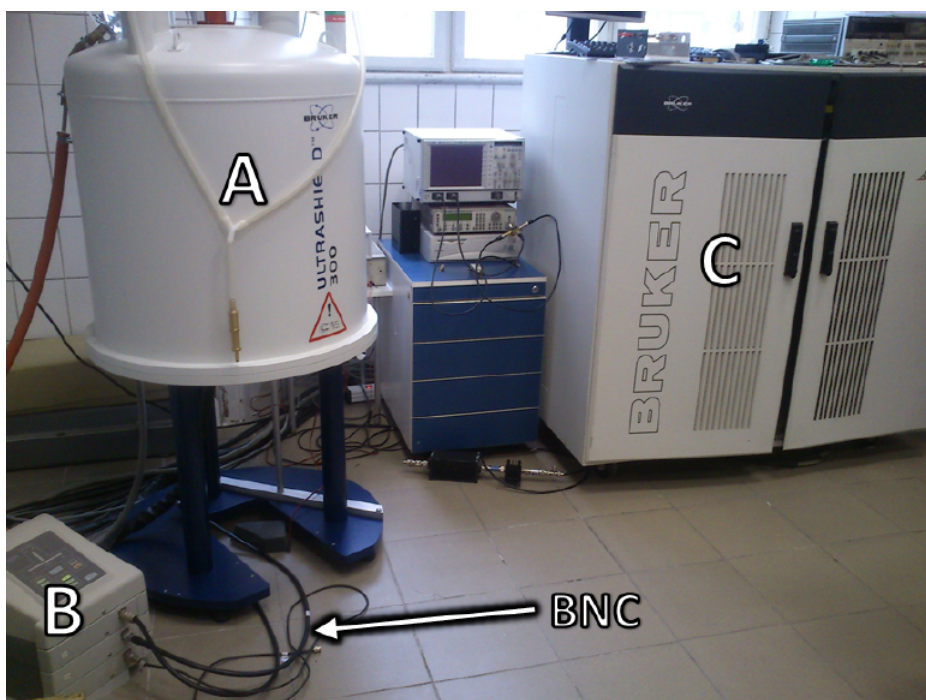
A kiolvasó gradiens alatti mért jelet Fourier-transzformálva megkapjuk az egydimenziós képet a mintáról.

3. fejezet

Felhasznált eszközök

3.1. Az NMR berendezés

A mérésekhez egy Bruker UltraShield 300 NMR mágneset használtunk, ami 7 T nagyságú mágneses teret hoz létre. Ezt egy DRX 400-as spektrométerrel együtt használtuk, amit számítógépről irányítottunk a TopSpin1.3 nevű programmal. A 3.1 ábrán láthatjuk magát az NMR berendezést.

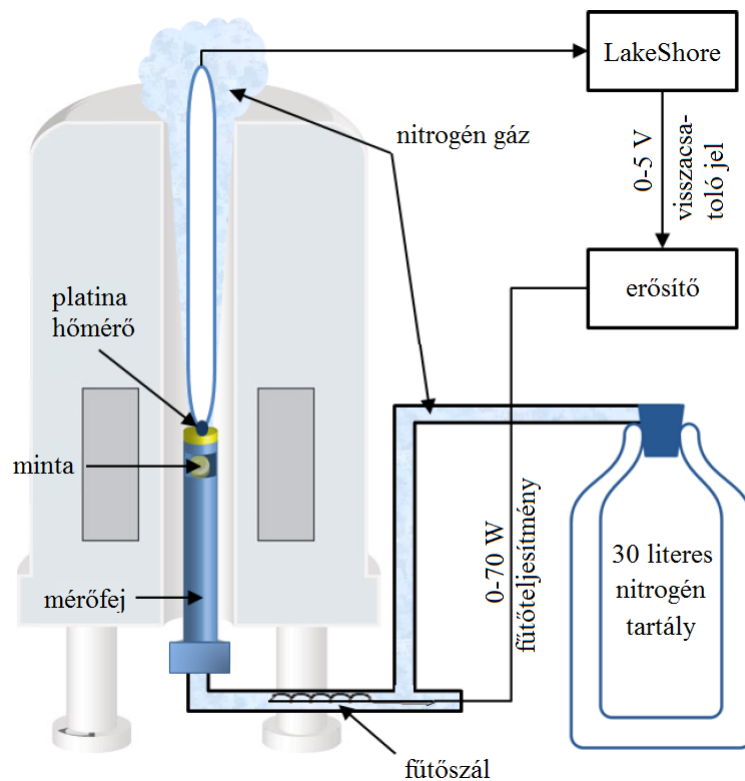


3.1. ábra. Bruker 300 NMR berendezés. A: mágnes, B: előerősítő, C: spektrométer. A mintához menő duplán árnyékolt BNC kábelt is mutatjuk.[16]

Kezdetben rendelkezésünkre állt egy mérőfej, amivel alacsonyabb frekvencián (<200 MHz) lehetett mérni. Ebből kiindulva, illetve ennek mintájára kellett megtervezni az újabb mérőfejeket.

3.2. A hőmérséklet szabályozó rendszer

A hőmérsékletfüggő mérésekhez elengedhetetlen egy stabil, és széles hőmérsékleti tartományon működő szabályozó egység, ami egyszerre méri és állítja a hőmérsékletet. A 3.2 ábra egy sematikus vázlatot ad a mérések során használt szabályozó rendszerről.



3.2. ábra. A hőmérséklet szabályozó rendszer vázlata.[17, 16]

Egy 30 literes tartályt töltünk föl nitrogénnel, amit a mintára vezetünk. A párologó nitrogén így hűteni kezdi a mintát. Ezt a nitrogéngázt fűtjük egy $3\ \Omega$ ellenállású fűtőszállal. Mindeközben egy hőmérő, ami a minta közvetlen közelében van, méri a hőmérsékletet, és továbbítja az adatokat a *LakeShore 331 Temperature Controller* készüléknek[16]. Noha ez a készülék alkalmas arra, hogy szabályozza a hőmérsékletet, a kimeneti teljesítménye nem alkalmas a méréseinkhez. Ezért egy teljesítmény erősítőn keresztül fűtöttük a $3\ \Omega$ -os fűtőszálat.

4. fejezet

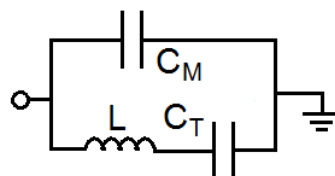
Eredmények és értelmezésük

4.1. Mérőfejek fejlesztése

Az MSc szakdolgozat során három különböző feladatra alkalmas mérőfej készült. Mind-egyik protonra hangolt, az egyik csak szobahőmérsékleten mér, a másikkal változtatható hőmérsékleten tudunk mérni. A harmadik pedig egy MRI mérőfej, mely a BME orvosi fizika szakirányon lévő hallgatói laborhoz lett megépítve, oktatási céllal, illetve a jövőben tervezett MRI kutatások mérőfejeinek első prototípusának is tekinthető.

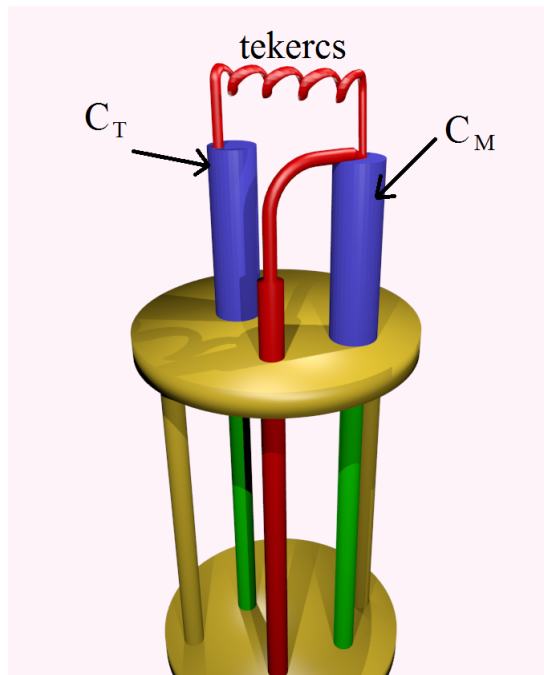
4.1.1. Szobahőmérsékletű proton NMR-mérőfej fejlesztése

Mivel még nem volt olyan mérőfejünk, amivel proton NMR-t lehetne mérni, így először ezt kellett megvalósítani. Csak ennek sikeres megalkotása után lehetett megépíteni azt a mérőfejet, amivel hőmérsékletfüggő méréseket lehet megvalósítani. A korábbi mérőfej, amivel klór és nátrium atommagokon lehet mérni[16], alacsonyabb frekvencián működnek (30-120 MHz között). Ahhoz, hogy protonra lehessen hangolni a frekvenciát, másféle áramkört kellett használni. A 4.1 ábrán láthatjuk ezt a megvalósítandó áramkört, amit a magasabb, 300 MHz-es frekvenciára lehet beállítani.



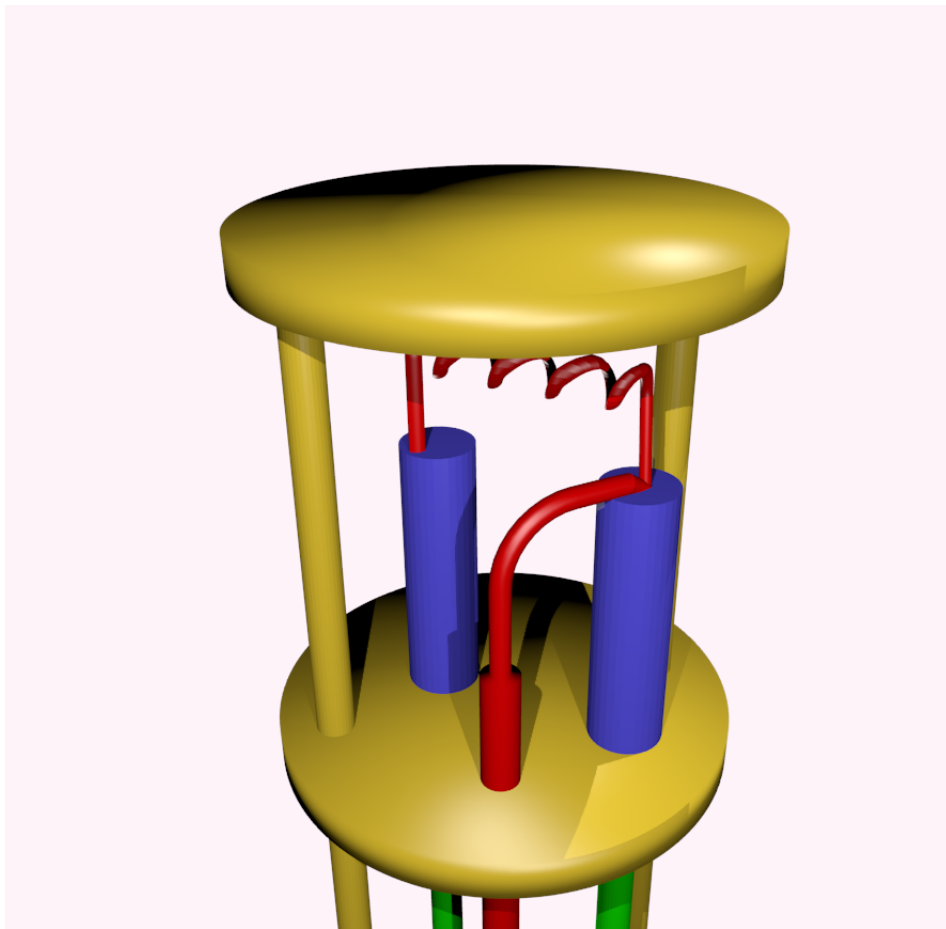
4.1. ábra. A megvalósítandó áramkör magas (>200 MHz) frekvenciára

A hangoló kondenzátor (C_T) sorosan van kapcsolva a tekercssel, és ezzel párhuzamosan van kötve az illesztő kondenzátor (C_M). A 4.2 ábrán láthatjuk a kezdeti mérőfejnek a tekercs oldali végét. A földelés a kondenzátorok talpánál van, tulajdonképpen a mérőfej teljes váza sárgarézből van, így földként funkcionál. A kondenzátorok (Voltronics NMTM típusúak) a 3 pF - 120 pF tartományban hangolhatóak.



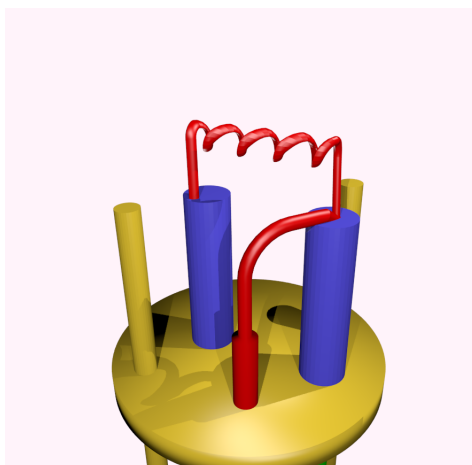
4.2. ábra. Kezdeti mérőfej, melyet nem sikerült 300 MHz-re hangolni (számítógépes grafika). Látható a két kondenzátor (kék hengerek), a tekercs és a semirigid coax kábel (piros).

A tekercs a megfelelő magasságban van, azaz a belehelyezett minta a mágneses tér homogén tartományába kerül, amikor a mérőfejet az NMR mágnesbe tesszük. Viszont a hangolást csak 225 MHz-ig sikerült megvalósítani, ennél magasabb frekvenciát nem tudtam beállítani, mert a hangoló kondenzátor kapacitását tovább kellett volna csökkenteni, de ez nem volt lehetséges. Ugyanis elkerülhetetlenül föllépnek szórt, parazita kapacitások. Ezek járuléka eredményezi, hogy ez az áramköri megvalósítás nem tud tetszőleges frekvencián működni. Ezért a kondenzátorokat leszereltem a helyükről és a két korong közé tettem őket, ahogy az alábbi, 4.3 ábrán láthatjuk.



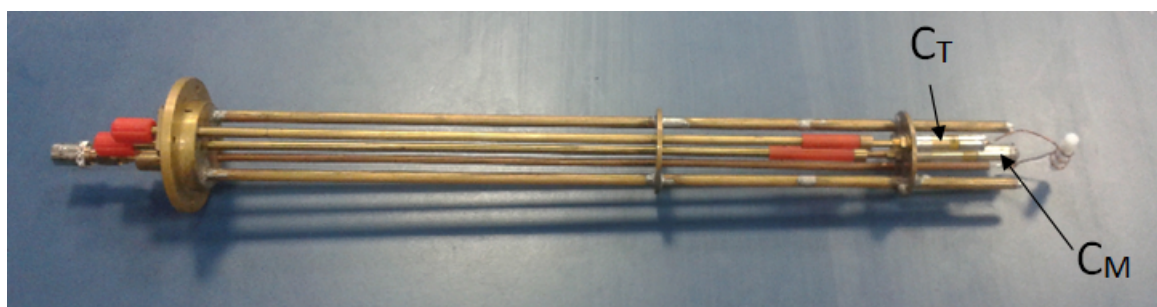
4.3. ábra. A két kondenzátor és a tekercs a sárgarézből készült korongok között.

Ezzel az átalakítással sikerült 300 MHz-re hangolni az áramkört, viszont a tekercs nincs megfelelő helyen, a mintával együtt a mágnesbe helyezve az kívül esik a mágneses tér homogenitási tartományán. Ezért a felső korongot leszedtem, és az alsót, amin a kondenzátorok álltak kiforrasztottam a helyéről és följebb tettem. Ezt a megvalósítást szemlélteti az alábbi, 4.4 ábra.



4.4. ábra. A mérőfej, följebb helyezett koronggal, rajta a kondenzátorok és a tekercs.

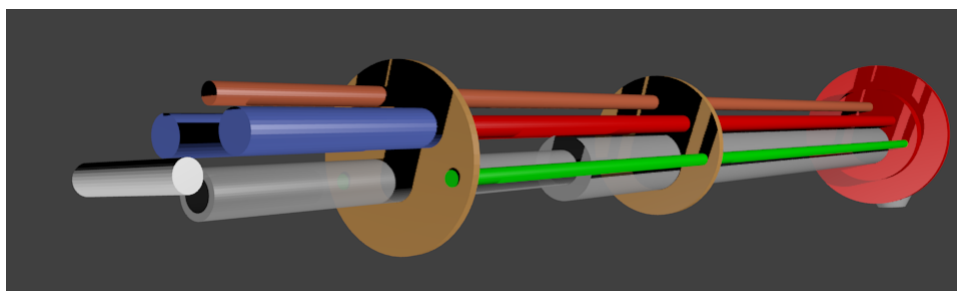
Így a hangolási tartomány 103 MHz - 340 MHz, ami alkalmas proton NMR mérésre. A 4.5 ábrán láthatjuk a már elkészült, szobahőmérsékleten alkalmazható mérőfejet.



4.5. ábra. Az elkészült proton-NMR mérőfej. Ezzel csak szobahőmérsékleten lehet méréseket végezni.

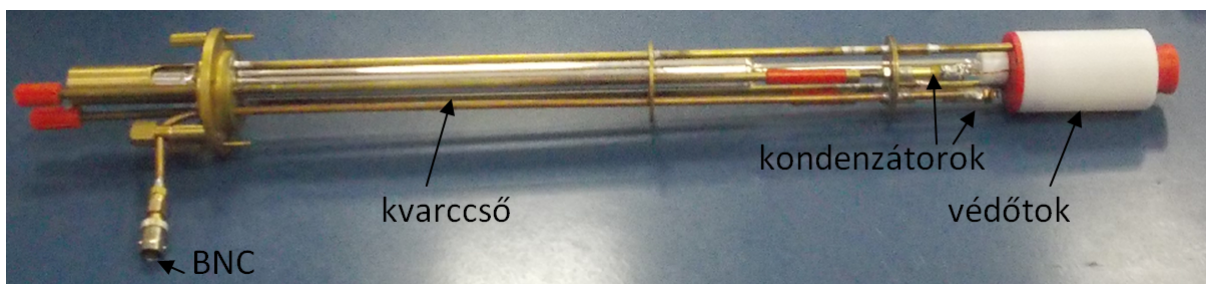
4.1.2. Hőmérsékletfüggő mérőfej fejlesztése

Az előző mérőfej eredményeire alapozva megterveztem a hőmérsékletfüggő mérést lehetővé tevő mérőfejet. A kvarccső, amin keresztül a nitrogén áramlik, eleve adott volt, ennek figyelembe vételével kellett a mérőfejet és a kondenzátorok elhelyezését megtervezni. A terv a 4.6 ábrán látható.

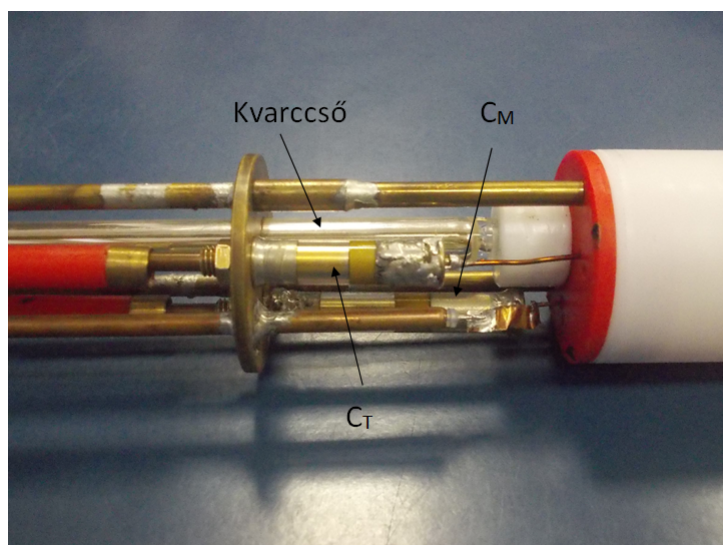


4.6. ábra. A hőmérsékletfüggő méréseket lehetővé tevő mérőfej terve. Kékkel látható a két kondenzátor, a szürke cső a kvarccső, fölötte a szürke henger jelenti a mintát.

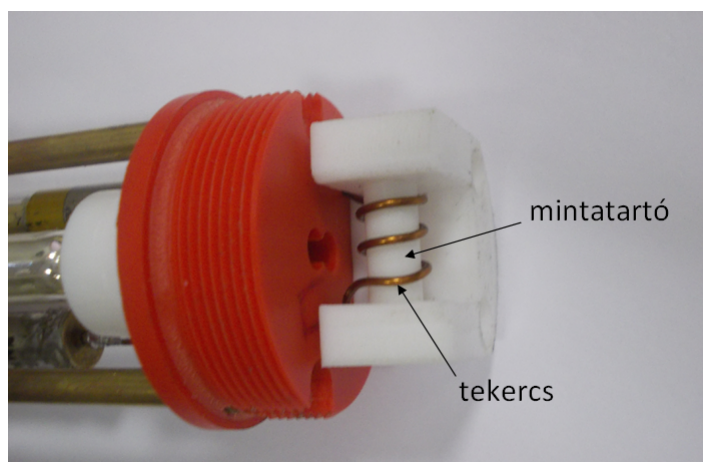
A megvalósított mérőfejről néhány képet láthatunk a következőkben.



4.7. ábra. A hőmérsékletfüggő proton-NMR mérőfej.

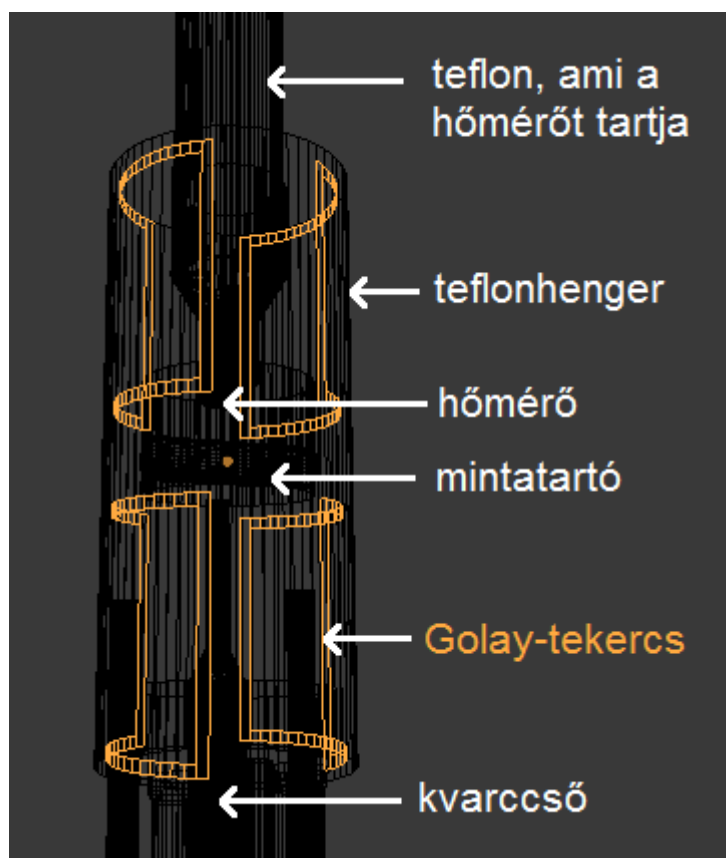


4.8. ábra. A hőmérsékletfüggő mérőfej, benne a kondenzátorok és a kvarccső láthatóak.

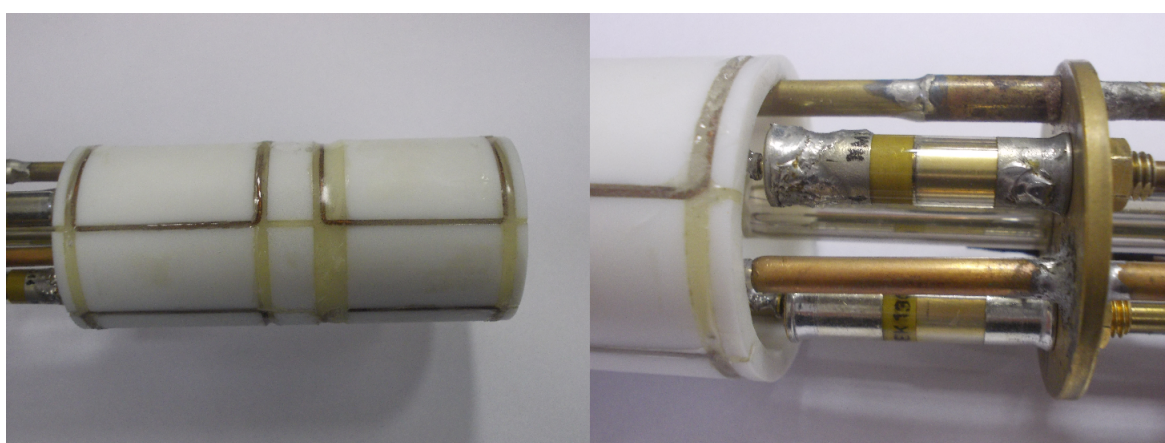


4.9. ábra. A hőmérsékletfüggő mérőfej, benne a mintatartó és a tekercs.

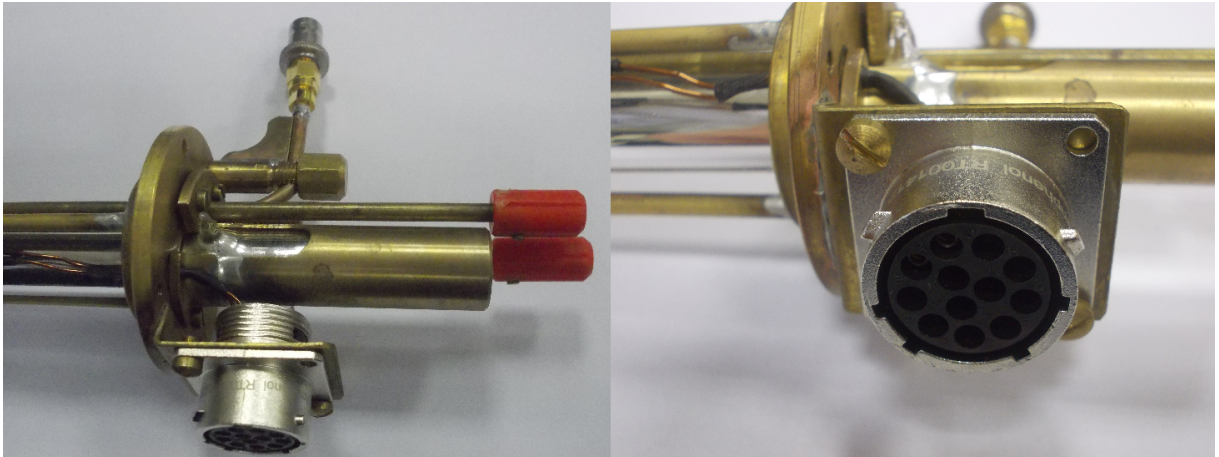
Hangolási tartomány 177 MHz (itt C_M maximális) és 357 MHz (itt C_t minimális) között. A mintatartó oldali végét át kellett alakítani annak érdekében, hogy diffúziót is lehessen mérni. Golay-tekercs-et kellett rátenni, ez külön tervezést igényelt. A tervet a 4.10 ábrán látjuk.



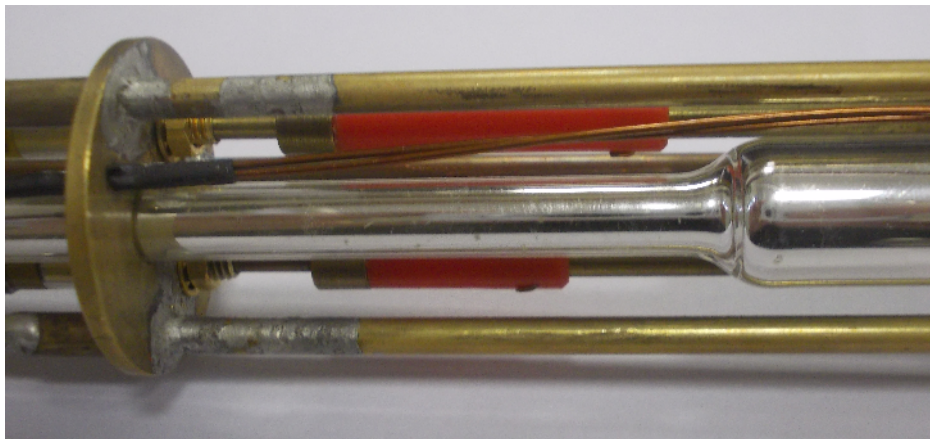
4.10. ábra. A hőmérsékletfüggő mérőfej végének átalakítási terve, ami a mágneses térgradienst létrehozó Golay-tekercest is tartalmazza (számítógépes grafika).



4.11. ábra. A mérőfejre épített Golay-tekerecs (bal oldalon) és a kondenzátorok (jobb oldalt).



4.12. ábra. A mérőfej csatlakozásai. Jobb oldalon a gradiens-tekerecs csatlakozását látjuk.



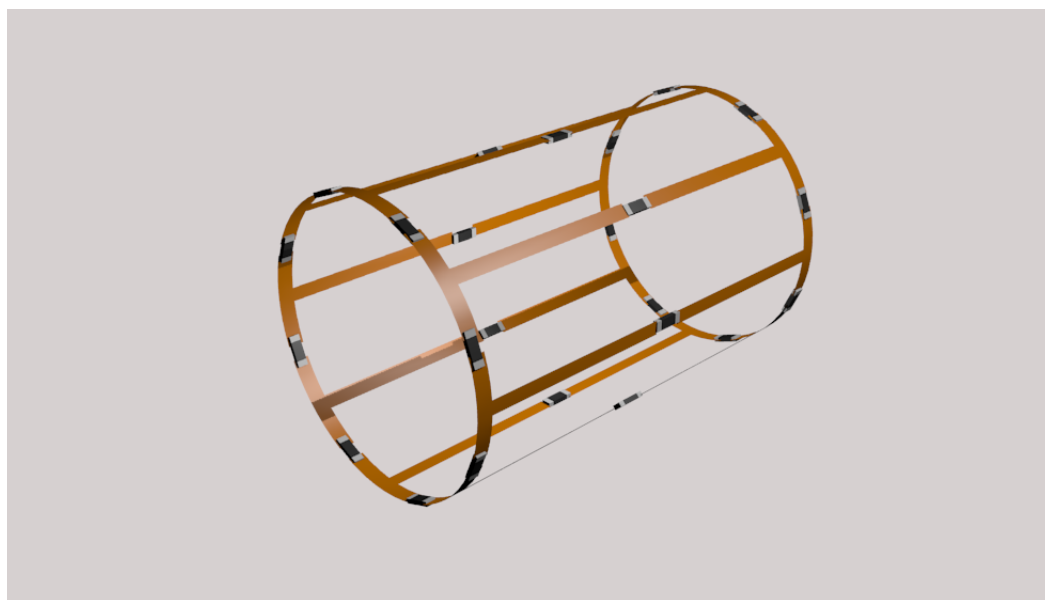
4.13. ábra. A hőmérsékletfüggő méréseket lehetővé tevő mérőfejben lévő kétfalú kvarccső, melyben a nitrogén gáz áramlik.

4.1.3. MRI mérőfej építése

Kettinger Ádám és Gyebnár Gyula korábban már készítettek egy MRI mérőfejet[12], nekem az volt a feladat, hogy készítsek egy ugyanolyat, oktatási céllal, az orvosi fizika szakirány hallgatói laborjához.

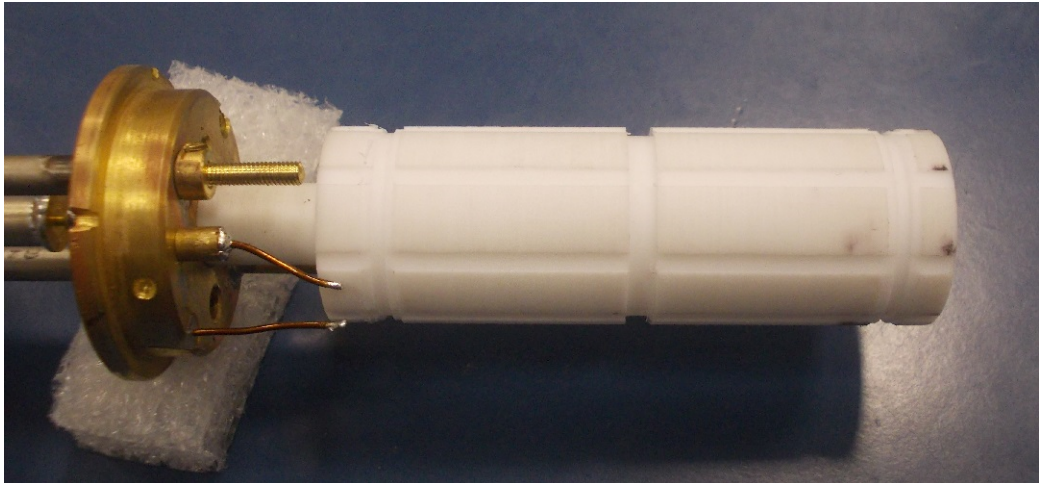
A rádiófrekvenciás tekercs elkészítése

A gerjesztéshez használt RF-tekercs az ún. *madárkalitka* (angol szakirodalomban bird-cage), ami nagy térfogaton állít elő homogén mágneses teret[18, 11]. Az alábbi ábrán ezt láthatjuk. A kis téglatestek kondenzátorok, melyek biztosítják, hogy megfelelő áram folyjon a vezetékekben, ezzel létrehozva a homogén mágneses teret a tekercsen belül.



4.14. ábra. A kalitka tekercs geometriája, ez az ún. *bandpass* kalitka tekercs (számítógépes grafika).

A hallgatói laborra készített kalitkánál a kondenzátorok kapacitása 22 pF. A 4.15 ábrán a teffontartót láthatjuk, amire rákerülnek a rézlapok és a kondenzátorok.



4.15. ábra. A teflon tartó az RF tekercsnek. Be vannak vágva a rézlapok és kondenzátorok helye, hogy ne csúszkáljanak el a felületen.

A rézlapokat előre kivágtuk T alakúra, és így ezeket forrasztottuk a kondenzátorokra.



4.16. ábra. Rézlemezek a kalitka tekercshez. Ezekre forrasztottam a kondenzátorokat.

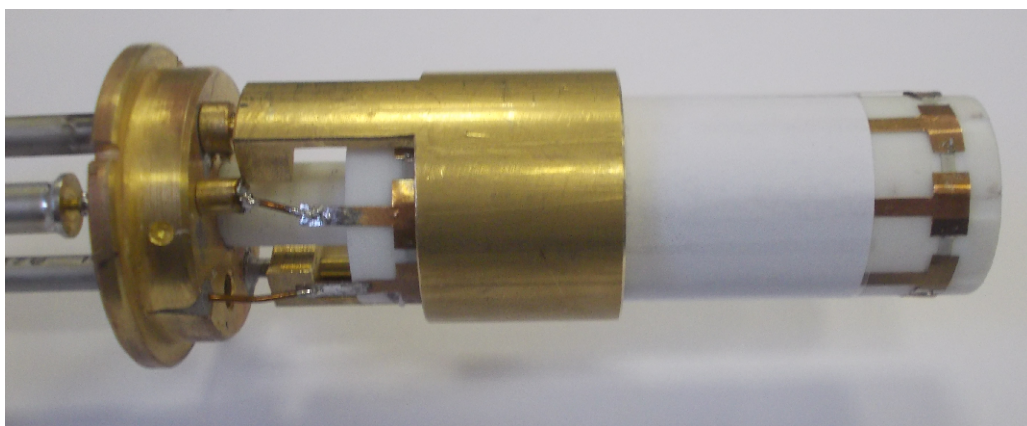
Az elkészült kalitka tekercs a 4.17 ábrán látható.



4.17. ábra. Az elkészült RF tekercs.

A hangoló gyűrű

Mivel a korábbi mérőfejen csak illesztő kondenzátor volt, arra gondoltunk, hogy egy hangoló gyűrűvel el lehetne érni a frekvencia változtatását, azaz a hangolást. Rézhengerből lett elkészítve, amit kívülről lehet föl-le mozgatni csavarással, ezáltal lehet kismértékben módosítani a módus frekvenciáját. Kezdetben a henger magassága túl nagynak bizonyult (3 cm), mert amikor ráraktuk a mérőfejre, túlságosan eltolta a rezonanciafrekvenciát. Ezért a végéből levágtunk 7 mm-t, így már jónak találtuk.

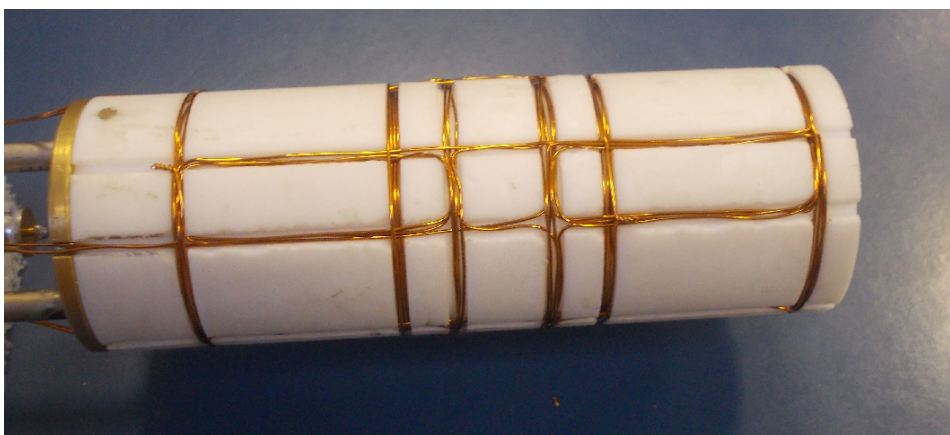


4.18. ábra. A hangológyűrű, alatta a kalitka tekercs.

A gyakorlatban kiderült, hogy egyes módusok frekvenciáját jól lehet változtatni, de annak a módusnak a frekvenciáját, ami a képalkotáshoz kell, nem tudtuk változtatni. Így a hangoló gyűrűt kivettük és nem használtuk a továbbiakban.

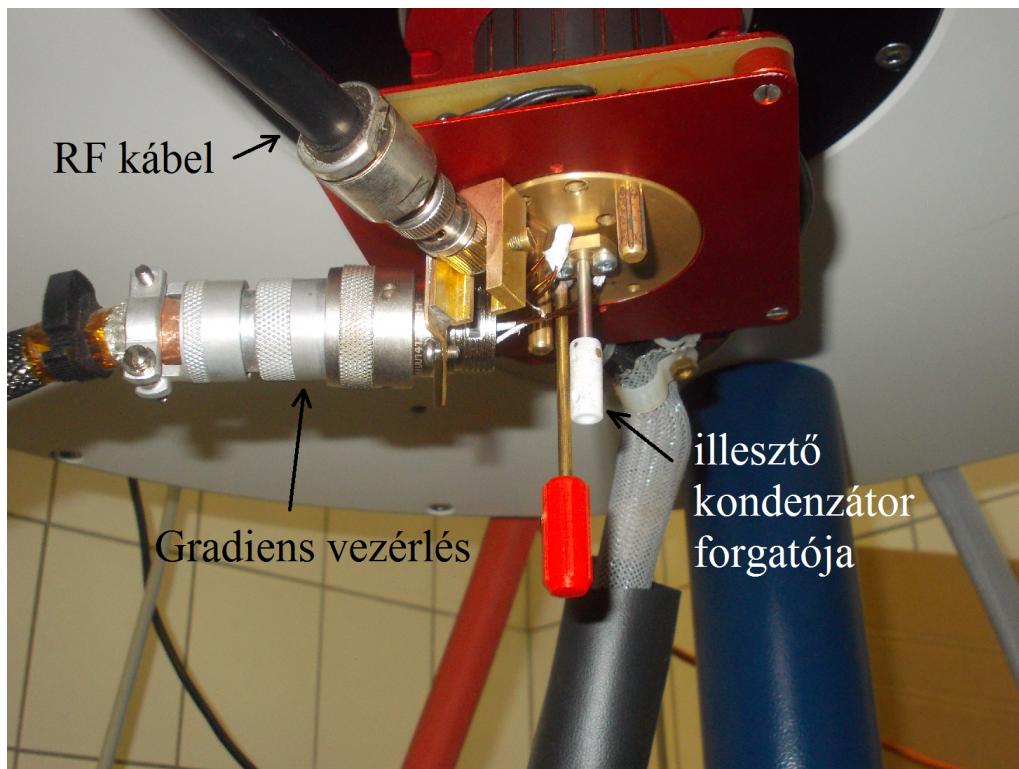
A gradiens tekercsek

Három gradiens tekercs került a mérőfejre. Két Golay-tekercs és egy Maxwell-tekercs. Az előbbiek a külső mágneses térre és egymásra is merőleges irányokban hoznak létre gradienst, míg az utóbbi a külső mágneses tér irányában (azaz z -irányban) hoz létre mágneses térgradienst. A 4.19 ábrán láthatjuk az elkészült tekercseket.



4.19. ábra. Gradienstekercsek az RF tekercsen kívül, teflonhengeren.

Minden készen van ahhoz, hogy a mágnesbe helyezzük a mérőfejet, és mérjünk vele. Alább láthatjuk a különböző vezetékeket, amik a mérőfejhez csatlakoznak, és az illesztő kondenzátor állítására szolgáló forgatót is. A piros nyelű forgató a hangoló gyűrű állítására szolgált, de mint láttuk, ez a gyűrű végül kikerült a mérőfejből.

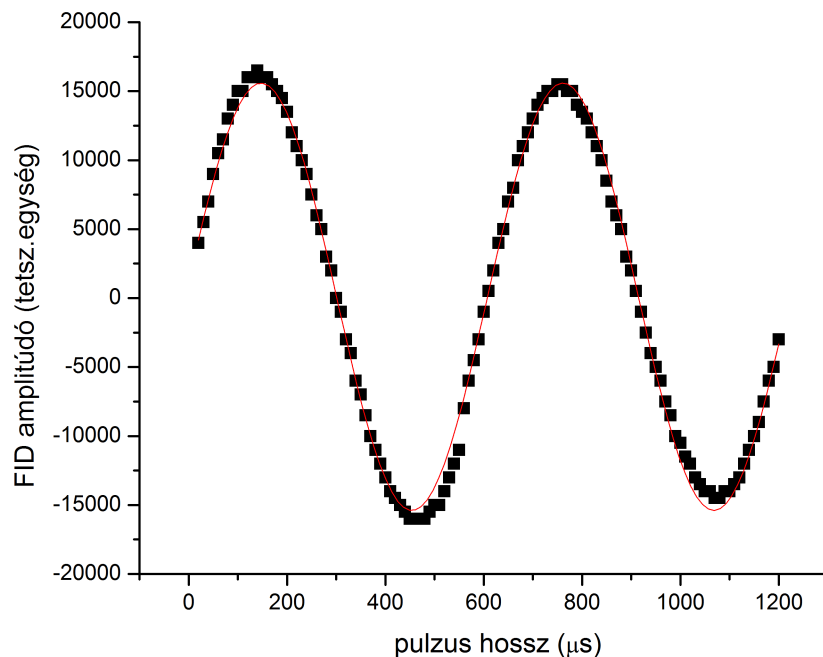


4.20. ábra. A mérőfej a mágnesben, és a hozzá csatlakozó vezetékek.

B_1 homogenitás vizsgálat

Megvizsgáltam az RF tekercset, mennyire homogén a B_1 mágneses tér, amit előállít. Ehhez nagyméretű mintán (1 cm^3) különböző hosszú impulzusokkal gerjesztve a FID amplitúdóját néztem. Ez az ún. többszörös Rabi oszcillációkat állítja elő. Amennyiben a B_1 tér eloszlása tökéletesen homogén, a T_2^* időhöz képest sokkal rövidebb időskálák esetén nem kellene az oszcillációk amplitúdójának lecsökkenni. Az alábbi, 4.21 ábra ezt mutatja. Kb 1 cm^3 térfogatú mintán mértem, $0,1 \text{ ppm}$ -re shimmeltem be. Szinuszt illesztettem a mért adatokra, ezek alapján a 180° -os pulzus $307 \mu\text{s}$ hosszú 0 dB besugárzó teljesítmény mellett.¹

¹A Bruker gyártó saját terminológiájában -6 dB felel meg a kimeneti erősítő maximális teljesítményének. 0 dB mellett a kimenő feszültség fele a maximálisnak (esetünkben a 1H végfok teljesítménye 50 W).

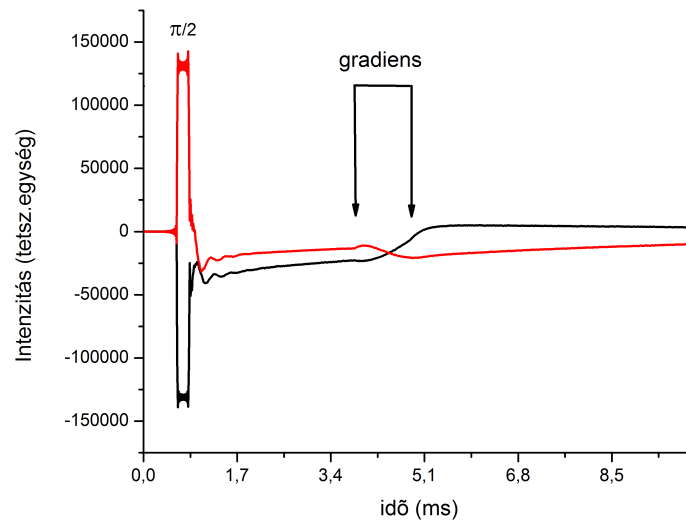


4.21. ábra. Rabi-oszcilláció vizsgálata az MRI mérőfejjel. A FID amplitúdó szinuszos összefüggésben áll a gerjesztő RF pulzus hosszával.

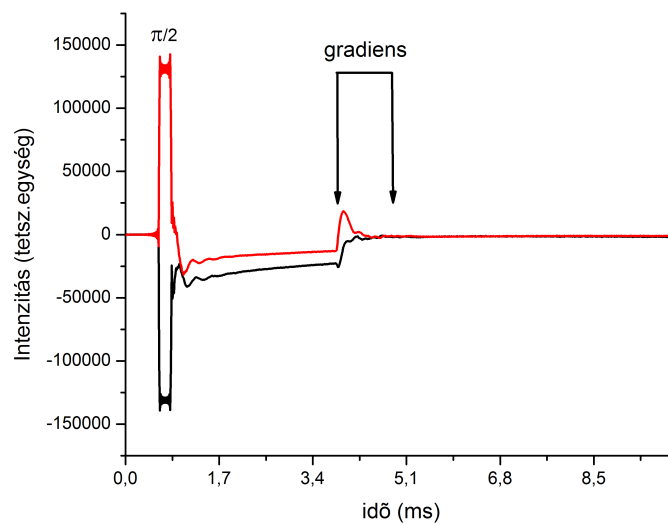
Elmondható, hogy az RF tekercs jól működik, a várt szinuszos jelet kaptuk meg, aminek az amplitúdója csak igen kis csökkenést mutat a többszörös oszcillációk esetén.

Gradiens echo

Megnéztük, létre tudunk-e hozni gradiens echot. Először különböző nagyságú gradienseket kapcsolunk be, és figyeltük a jel csökkenését. Tehát egy kezdeti 90° -os RF pulzus után egy T_2^* szerint lecsengő jelet kapunk. Ha bekapcsoljuk a gradienst, akkor ezzel a mágneses tér inhomogenitását növeljük meg, azaz T_2^* lecsökken. Ezt figyelhetjük meg. A Topspin mérőprogramnak százalékosan adhatjuk meg a gradiens tekercs áramát. 100% felel meg a legnagyobb, 10 A erősségű áramnak. Minél nagyobb árammal hajtjuk meg a tekercset, annál nagyobb lesz a létrehozott térgradiens, így az inhomogenitás, és annál hamarabb elvész a mágneses momentumok koherenciája.

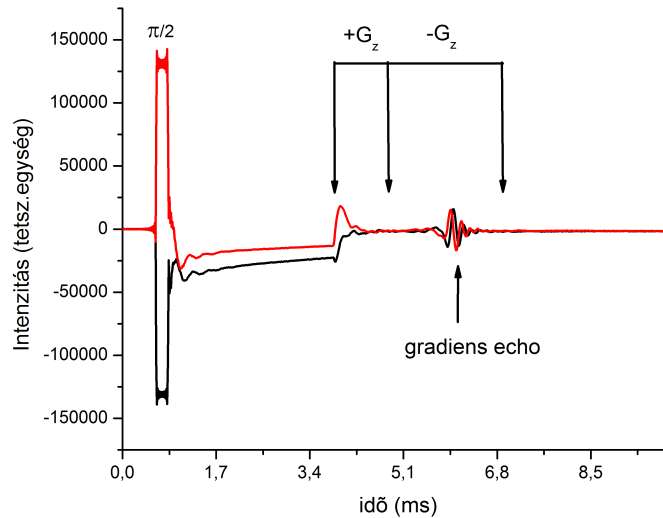


4.22. ábra. z irányú gyenge (5%-os) gradiens hatása a jelre. Az ábrán a pulzust és a gradiens bekapcsolásának időtartamát mutatjuk a két NMR csatornára (fekete és piros).



4.23. ábra. z irányú erős (100%-os) gradiens hatása a FID jelre.

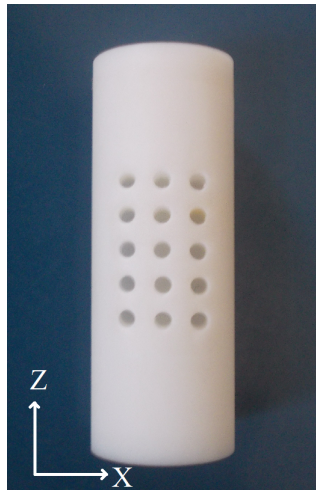
Az áram polaritását megfordítva a gradiens iránya is megfordul. Ennek hatására a mágneses momentumok koherenciája visszaállítható, ugyanúgy, mint a spin echo-nál. 100%-os, z irányú gradiens mellett, a gradiens polaritását megváltoztatva kapjuk az echo-t. A 4.24 ábrán bejelölve látjuk a 90° -os RF pulzust, a gradiens bekapcsolásának és kikapcsolásának idejét, és a megjelenő gradiens echo-t.



4.24. ábra. A gradiens-echo megjelenése a második, ellenkező előjelű gradiens alatt.

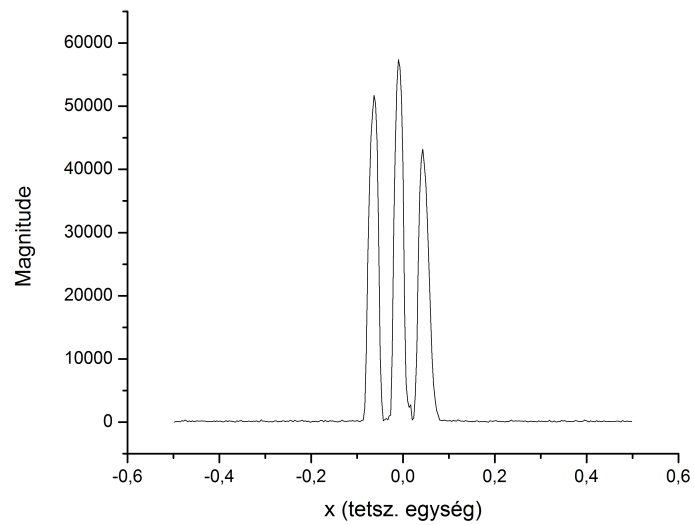
Egydimenziós képalkotás

Az egydimenziós kép készítéséhez tulajdonképpen minden adott, ugyanis a gradiens-echo Fourier-transzformáltja lesz a kép. Érdekes azonban olyan mintáról képet alkotni, ami különálló darabkákból áll, amin könnyebb demonstrálni a képalkotás felbontását. Erre a célra készült az alábbi fantom. Ez egy teflonból készült henger, melyben 15 furat van, ezeket lehet föltölteni vízzel, vagy egyéb anyaggal. A fantomot, vízzel föltöltve és behelyezve a mérőfej mintatartójába, vizsgálható a z irányú gradiens tekercs, tehát a Maxwell-pár, és vizsgálható valamelyik Golay-tekercs is, attól függően, hogy milyen irányban tettük be a hengert. Amint azt látni fogjuk, az egyik irányban három púpot látunk, ami a három oszlop képe, az erre merőleges irányban csak egy púpot látnánk, mert ebben az irányban csak egy oszlop van.

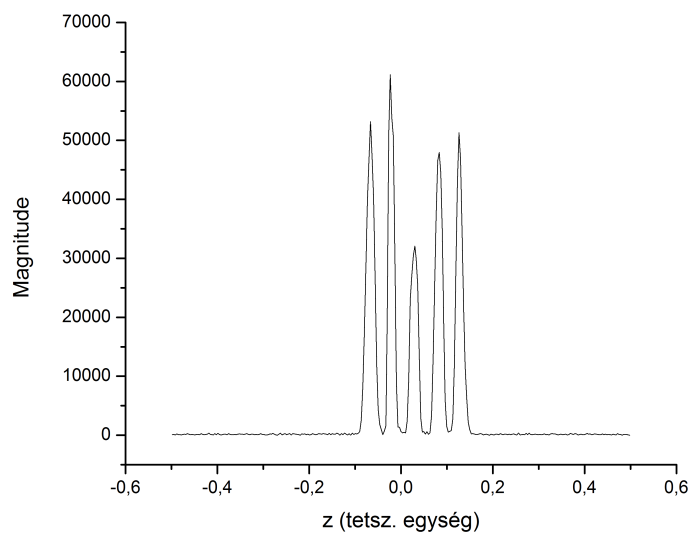


4.25. ábra. Fantom függőleges és vízszintes irányokban fúrt lyukakkal.

X és Z irányokban vettem föl egydimenziós képeket:

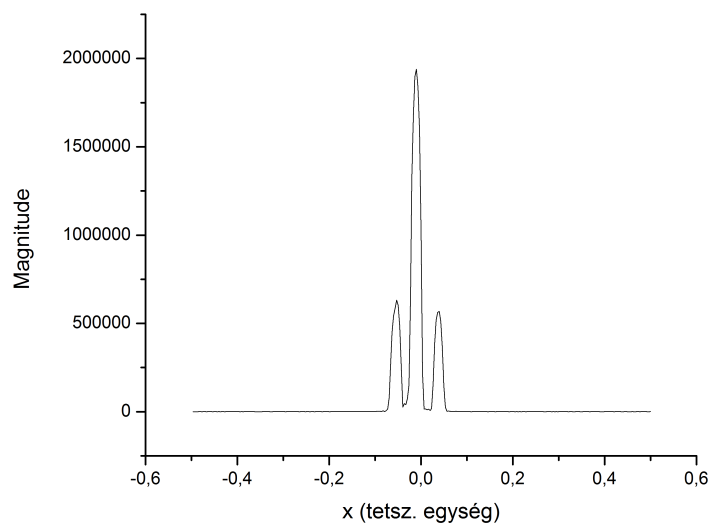


4.26. ábra. Egydimenziós kép x irányban. A három csúcs a fantom három oszlopának képe.



4.27. ábra. Egydimenziós kép z irányban. Az öt csúcs a fantom öt sorának képe.

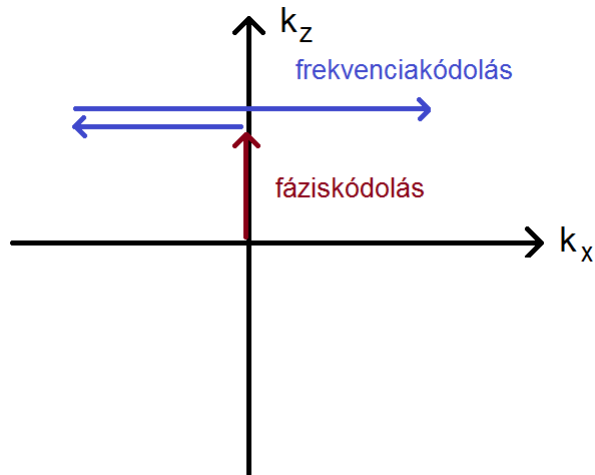
Készítettem olyan képet is, aminél T alakban töltöttem föl vízzel a fantomot. A 4.28 ábrán x irányú képet látunk. A középső vonal a T szára miatt magasabb.



4.28. ábra. Egydimenziós kép x irányban a T alakú fantomról. A középső csúcs a T szára miatt nagyobb.

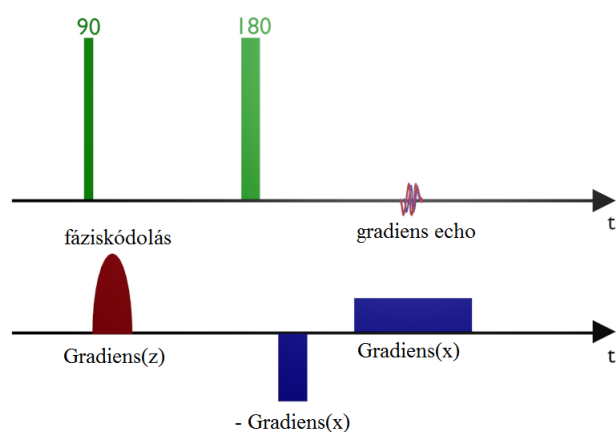
Kétdimenziós képalkotás

Ahhoz, hogy kétdimenziós képet készítsünk, a k -teret kell megfelelően bejárni, majd ebből visszaállítani a képet. A k -tér bejárása soronként történik, a fáziskódoló gradienssel egyik irányban, majd a frekvenciakódoló gradienssel az erre merőleges irányban mozoghatunk ebben a térben. A frekvenciakódoló gradiens az, ami a kiolvasás alatt van bekapcsolva. Ennél mindig egy negatív, majd pozitív irányú meghajtó áram lép föl, míg a fáziskódoló gradiens minden kiolvasás előtt más nagyságú áramot kap, hiszen más k -sorhoz más nagyságú elmozdulás szükséges az origóból indulva. Ezt szemlélteti az alábbi, 4.29. ábra. Az origóból indulva először a fáziskódoló gradiens lép működésbe, aminek segítségével eljutunk egy bizonyos k_z értékig, innen $-k_x$ irányában haladva, majd onnan visszafordulva veszi kezdetét a kiolvasás.



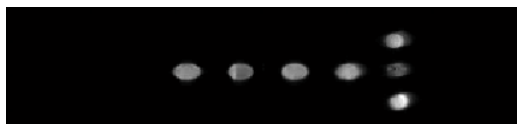
4.29. ábra. A fáziskódolás és a frekvenciakódolás szemléltetése.

A k -tér ezen bejárását az alábbi szekvenciával érhetjük el. Egy 180° -os RF pulzust alkalmazunk, hogy a gradiens echo a spin echo ideje alatt jöjjön. Ez azért fontos, mert így a relaxációs folyamatokat figyelmen kívül lehet hagyni.



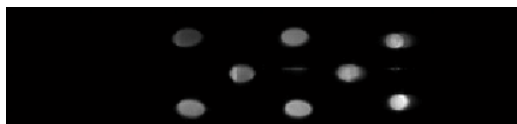
4.30. ábra. Pulzusszekvencia kétdimenziós képalkotáshoz. Pirossal látjuk a fáziskódoló gradienst, kézzel a frekvenciakódoló gradienseket.

A 4.31 képen láthatunk egy kétdimenziós képet a fantomról.

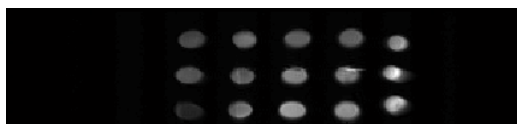


4.31. ábra. Kétdimenziós kép x - z síkban.

Még kétféle mintázatot vettünk fel:

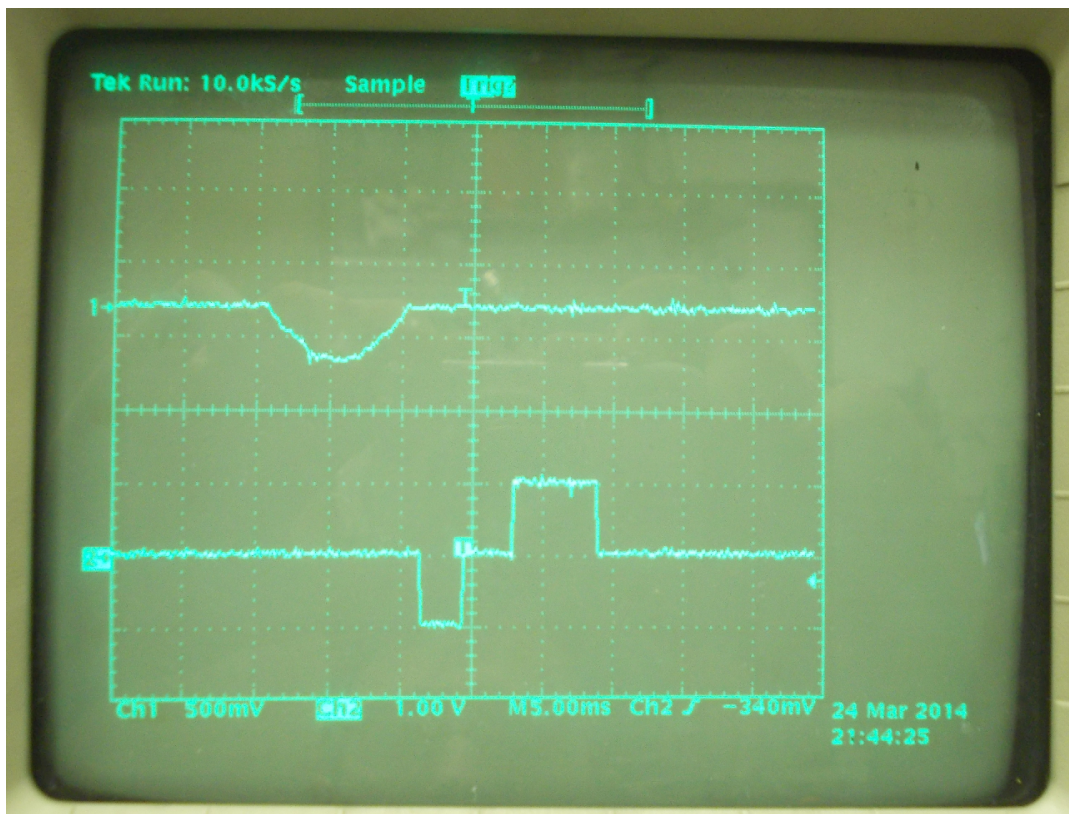


4.32. ábra. Kétdimenziós kép a fantomról.



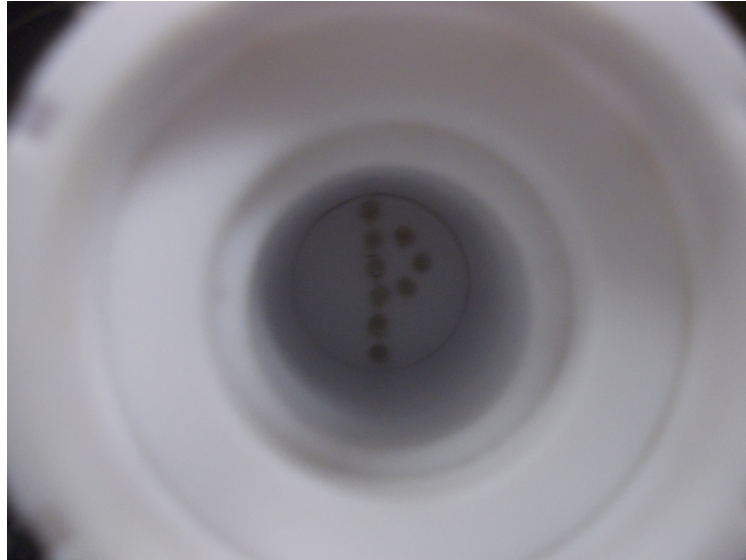
4.33. ábra. Kétdimenziós kép a fantomról.

Képzalkotás alatt ellenőriztük oszcilloszkópon, hogy a gradienstekercsek valóban olyan áramot kapnak-e, amilyent a pulzusszekvencia előír. Ez úgy lehetséges, hogy a gradiens tekercsek tápegységén egy sönt ellenállás található, aminek értéke $100\text{ m}\Omega$, azaz 0.1 V/A áram-feszültség konverziót csinál. A sönt ellenállásos mérés másik előnye, hogy a rezisztív elem lévén közvetlenül az áramkörben folyó áramra érzékeny, míg pl. a tekercs kapocsfeszültsége a bekapcsolási effektusok miatt nagy ugrásokat mutathat. A tápegység ezeket az ugrásokat próbálja minél jobban tompítani.



4.34. ábra. A gradiensek ellenőrzése oszcilloszkópon.

x - y síkban is tudtam képet alkotni. Ez azt jelenti, hogy itt a két Golay-tekercest kellett használni. A 4.35 ábrán a fantom látható, ami egy P alakban fűrt lyukakból áll.



4.35. ábra. A fantom, x - y síkban.

Itt pedig az elkészült kép. Az is jól látszik, hogy a szélein kissé torzít a kép, ami valószínűleg azért van, mert ott a gradiens homogenitása már nem megfelelő.



4.36. ábra. 2D kép XY irányban

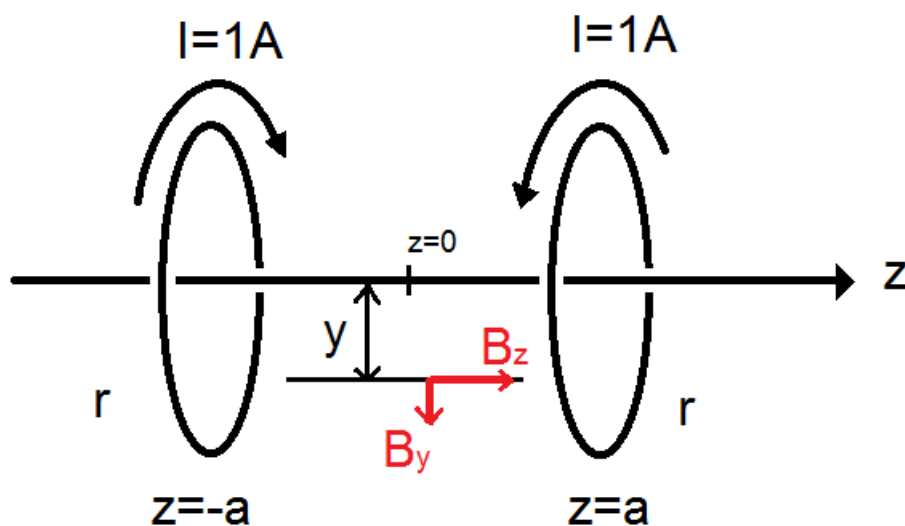
4.2. Gradiens tekercsek készítése és karakterizálása

4.2.1. Maxwell-pár



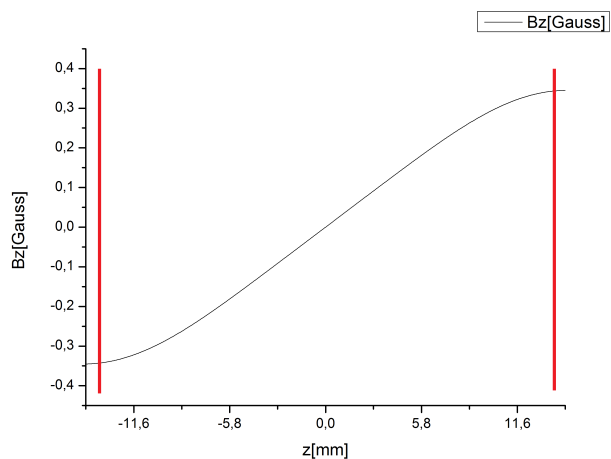
4.37. ábra. Saját készítésű Maxwell-pár, $N=4$ menettel.

Készítettem programot, ami kiszámolja a Maxwell-tekercs mágneses terét a z tengellyel párhuzamos egyenes mentén. A programkód megtalálható a C függelékben. A 4.38 ábrán láthatjuk a tekercshez rögzített koordinátarendszert. Az egyenes, ami mentén a program a mágneses teret számolja, párhuzamos a szimmetriatengellyel, és attól y távolságra van.

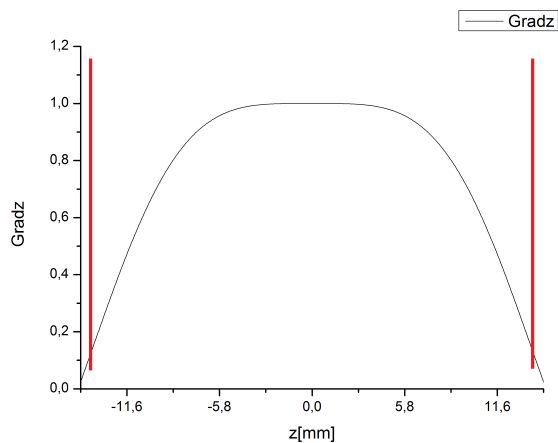


4.38. ábra. Maxwell-pár mágneses terének szimulációjához. A z tengellyel párhuzamos, attól y távolságra lévő egyenes mentén számolja a program a mágneses teret, azaz annak a z irányú komponensét, ami a képalkotás szempontjából releváns.

Az alábbi két ábrán (4.39 és 4.40) a tekercs középvonala mentén lévő B_z mágneses teret látjuk, illetve ennek deriváltfüggvényét, a gradiens nagyságát, egyre normálva. Piros vonal jelzi a két köráram helyét.

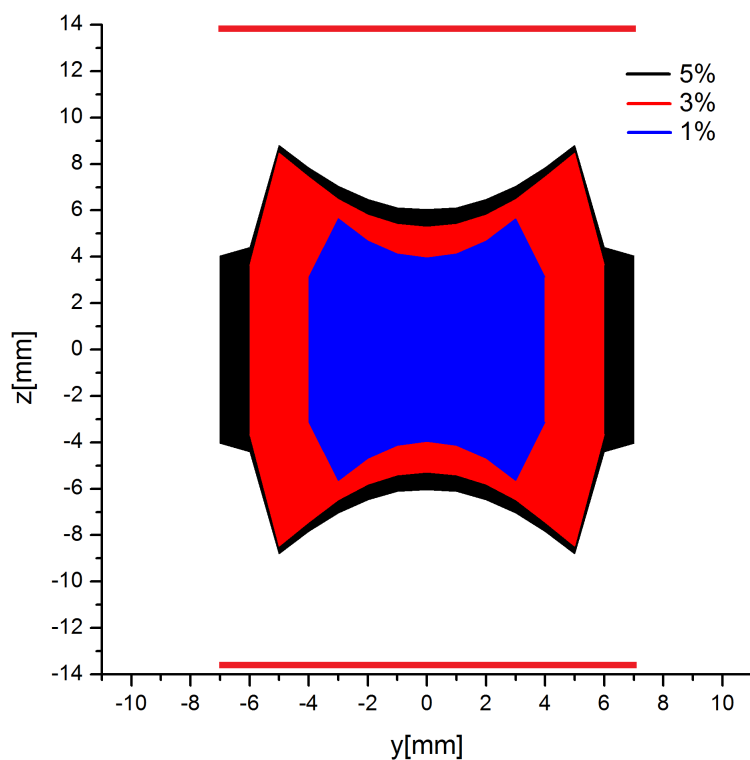


4.39. ábra. Mágneses tér nagysága a középvonal mentén, pirossal jelölve a tekercsek helyét.



4.40. ábra. A gradiens nagysága a középvonal mentén, pirossal jelölve a tekercsek helyét.

A 4.41 ábránál különböző színnel jelöltem azokat a tartományokat, ahol az eltérés a középpontban lévő gradienshez képest (nem nagyobb, mint) rendre 1, 3, illetve 5 százalék. A tekercsek vízszintesen állnak (a 4.41 ábrán y -al párhuzamosan) és a $z = \pm 13,85\text{mm}$ -nél vannak. Magát az ábrát tükrözzük a $z = 0$ és $y = 0$ tengelyre, hogy megkapjuk mind a négy síknegyedét.



4.41. ábra. Gradiens homogenitásának vizsgálata. Az alsó és felső piros vonalak jelzik a két köráram helyét, a középső színes tartományok pedig az origóban lévő gradienstől való eltérést mutatják.

4.2.2. Golay-tekerics

Elkészítettem a saját Golay-tekericsemet. A menetszáma $N = 6$, és $r = 17$ mm.

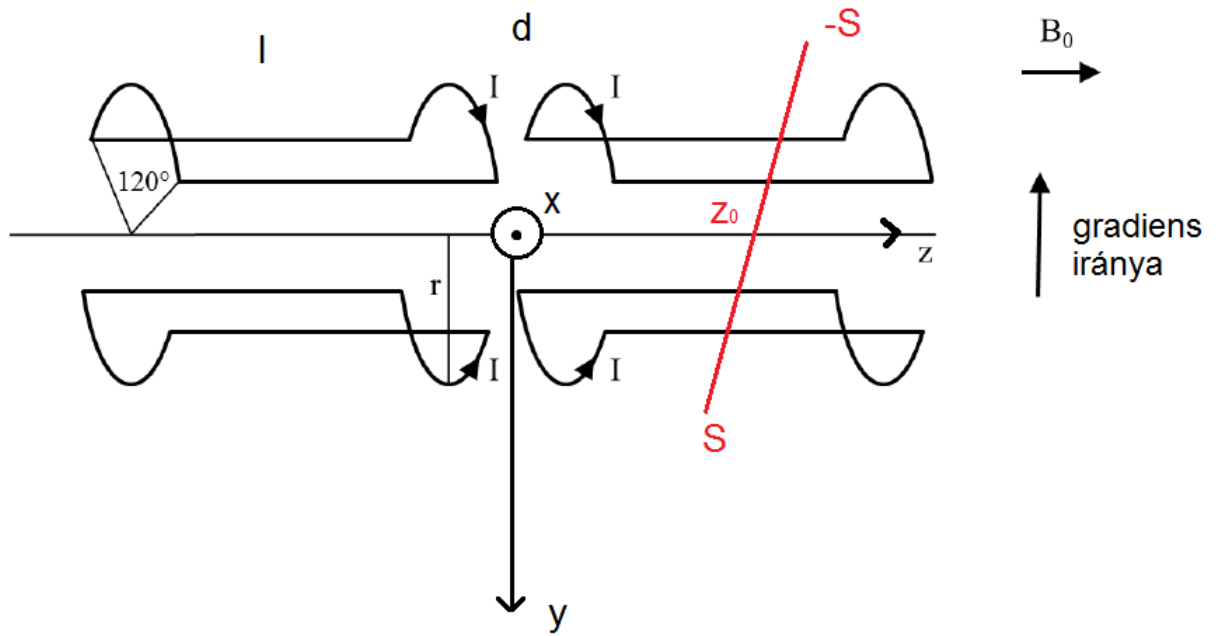


4.42. ábra. Az első elkészített Golay-tekerics, $N=6$ menetszámmal.

A Golay-tekerics tere

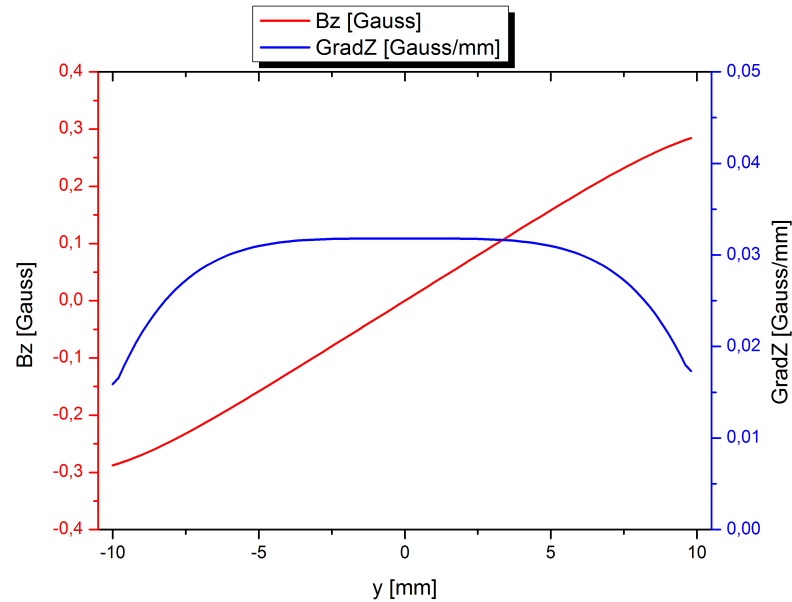
Írtam programot, mely kiszámítja a Golay-tekerics által keltett mágneses teret egy egyenes mentén. A programkód a D függelékben található.

A 4.43 ábrán a koordináta-rendszert láthatjuk, és az egyenes paramétereit, ami mentén számol a program. Ez az egyenes (pirosan jelölve az ábrán) merőleges a z tengelyre, és az x tengellyel α szöget zár be. Mindig $I = 1$ A árammal számol, az áramerősséggel ugyanis minden mágneses jellemző (a mágneses tér, a gradiens nagysága, stb.) arányos.



4.43. ábra. A koordináta-rendszer és az egyenes, ami mentén a mágneses teret számolja a program.

A saját tekercsem paramétereit megadva, az y tengely mentén számolt ($z_0 = 0$ és $\alpha = 90^\circ$). A 4.44 ábrán láthatjuk $B_z(x = 0, y, z = 0)$ és $\frac{\partial B_z(0,y,0)}{\partial y}$ értékét y függvényében.



4.44. ábra. A mágneses tér és a gradiens nagysága az y tengely mentén.

Vegyük észre, hogy míg középen jó közelítéssel lineárisan változik a mágneses tér y szerint, addig a széleken ellaposodik, a meredekség, vagyis a gradiens nagysága csökken. Az x tengely mentén lévő mágneses tér nulla.

Megvizsgáltam azt is, hogy különböző sugár mellett hogyan változik a gradiens nagysága. Azt találtam, hogy a gradiens nagysága a sugár négyzetének reciprokával arányos, egészen pontosan:

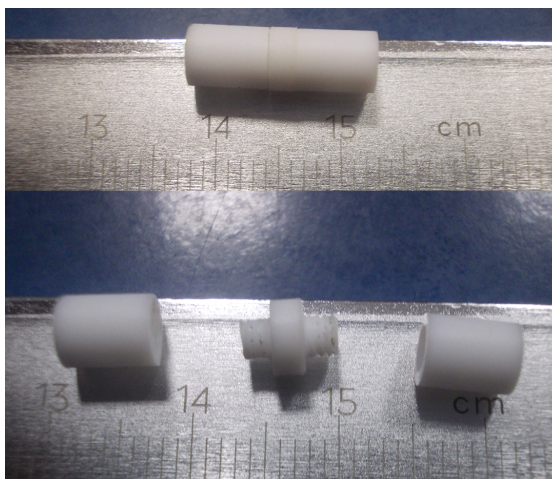
$$G[\text{Gauss} \cdot \text{cm}^{-1}] = \frac{91,915}{(r[\text{mm}])^2} \quad (4.1)$$

Fontos megjegyezni, hogy a 4.1 összefüggés a Golay-tekercs középpontján lévő gradiens értékét adja meg, abban az esetben, ha a tekercs egymenetes és a meghajtó áram nagysága 1 A. N menet esetén és I meghajtó áram mellett a középpontban létrejövő gradiens nagysága így módosul:

$$G[\text{Gauss} \cdot \text{cm}^{-1}] = N \cdot I[\text{A}] \cdot \frac{91,915}{(r[\text{mm}])^2} \quad (4.2)$$

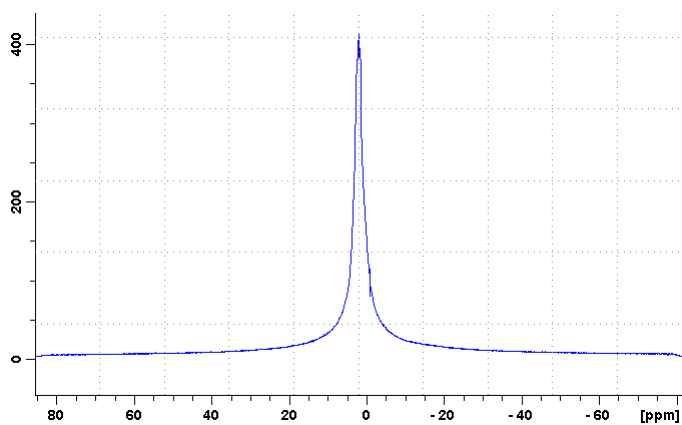
A gradiens nagyságának karakterizálása

A program számításai alapján a gradiens nagysága a hatmenetes Golay-tekercsben körülbelül $1,8 \frac{\text{Gauss}}{\text{cm}}$ 1 A meghajtó áram mellett. A mérést kétüregű mintatartóval végeztem, ami az alábbi ábrán látható.



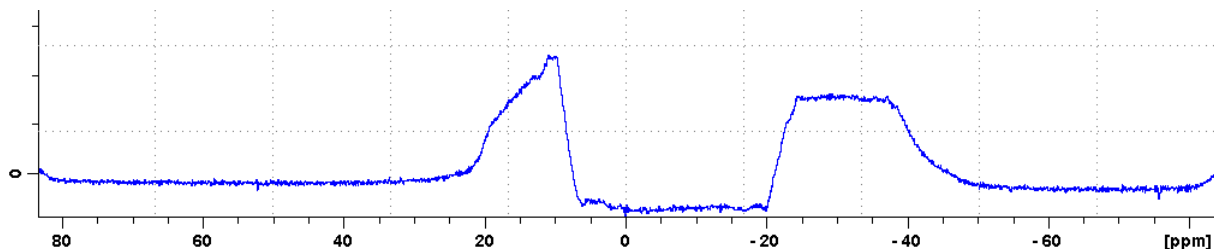
4.45. ábra. A kétüregű mintatartó.

A két térész középpontjának távolsága $d = 9,7\text{mm} \approx 10\text{mm}$, és rézgálic vizes oldattal ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2 \text{O}$) töltöttem föl őket. Gradiens alkalmazása nélkül a jelalak keskeny (4ppm), a kapott spektrum alább látható.



4.46. ábra. Gradiens nélküli spektrum

Árammal meghajtva a Goley-tekercest, a két mintarész különböző frekvencián ad jelet, mert más mágneses teret érzékel.



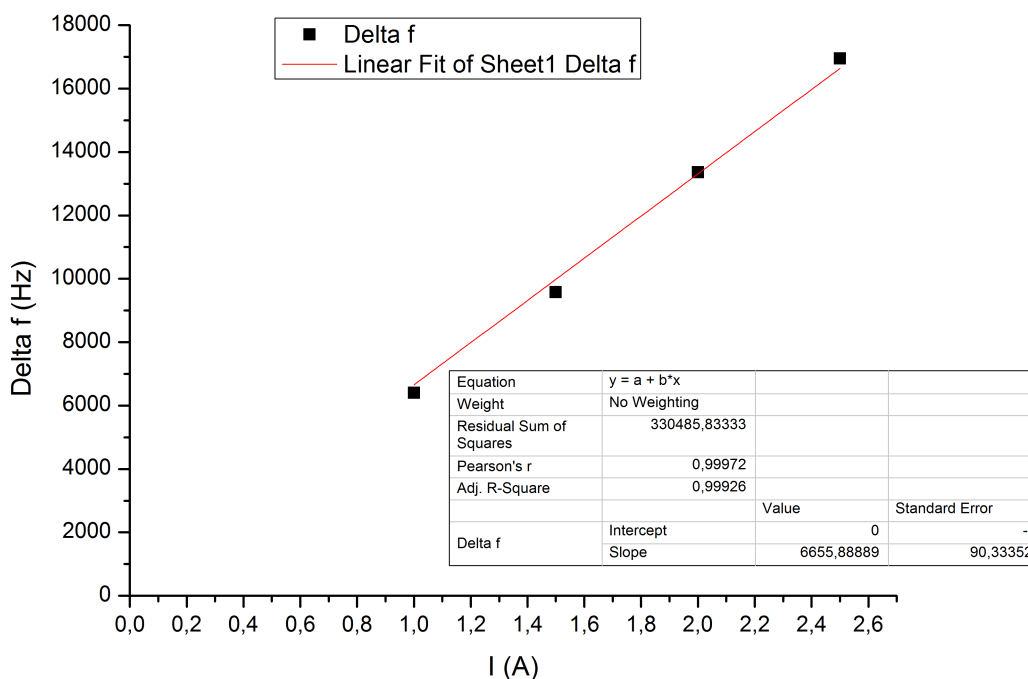
4.47. ábra. A 4.45 ábrán mutatott mintatartón mért NMR spektrum gradiens jelenlétében.

Jól látható a fenti 4.47 ábrán, hogy gradiens jelenlétében a spektrum nem más, mint a minta 1 dimenziós képe. Az is látszik rajta, hogy az egyik térrész nagyobb. Valóban, az egyik menet rövidebb, így több folyadék fér el mellette. Az alábbi 4.1 táblázatban foglalom össze a mért adatokat.

I(A)	$\Delta f(\text{Hz})$
6 · 1	6400
6 · 1,5	9574
6 · 2	13363
6 · 2,5	16947

4.1. táblázat. A mért frekvenciák különböző áramok mellett. A Golay-tekercest különböző nagyságú áramokkal meghajtva a spektrum kiszélesedik. Ebből meghatározhatjuk a gradiens nagyságát.

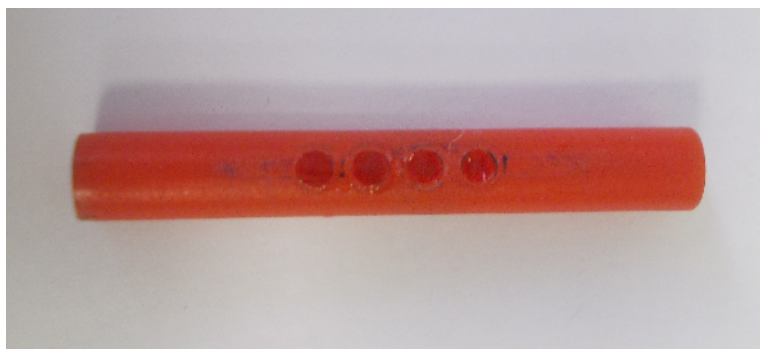
A következő, 4.48 képen láthatjuk a mért adatokra ($\Delta f - I$) illesztett egyenest. Δf a spektrumban lévő két csúcás távolsága.



4.48. ábra. Egyenesillesztés a mért adatokra, amiből a gradiens nagyságát megkapjuk.

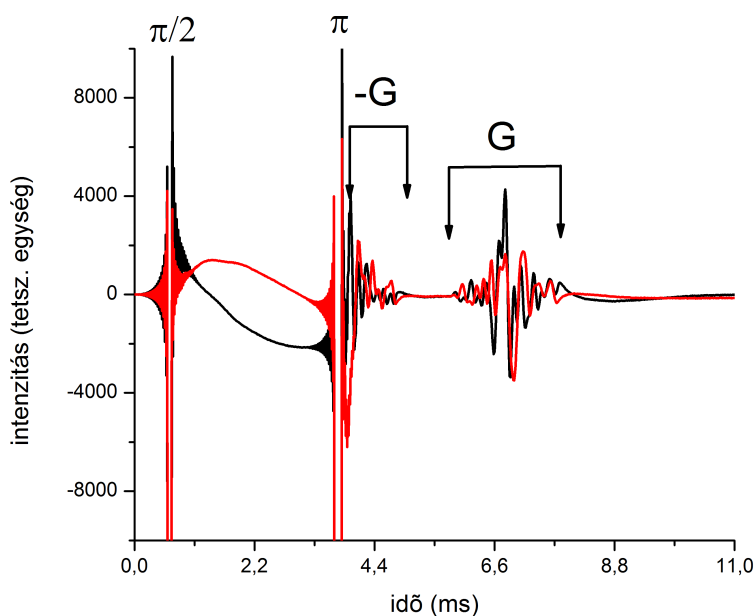
1 A meghajtó áram mellett tehát $\Delta f = (6666 \pm 90)$ Hz, így $2\pi\Delta f = 2\pi \cdot 42,576 \frac{\text{MHz}}{\text{T}} \cdot \Delta B$, ahonnan $\Delta B = (1,57 \pm 0,03)$ Gauss, és így a gradiens nagysága $G = (1,62 \pm 0,03) \frac{\text{Gauss}}{\text{cm}}$. Ez jól közelíti a számított $G = 1,8 \frac{\text{Gauss}}{\text{cm}}$ értéket. Az eltérésnek több oka is lehet. Egyrészt amikor gerjesztünk, jelen van a gradiens, ami elrontja a gerjesztést. Továbbá elképzelhető az is, hogy a két minta túl messze van egymástól, így ott adnak jelet, ahol már nem lineáris a tér, és így kisebb gradienst mérünk, mint ami középen van.

Egy pontosabb mérési lehetőséget szolgáltat az egydimenziós kép készítése. Ugyanis ebből is meg lehet határozni a gradiens nagyságát, amint azt látni fogjuk. A hőmérsékletfüggő mérőfej Golay-tekerce által keltett mágneses térgradienst mértem meg, ez csupán egyetlen menetet tartalmaz. Ehhez olyan fantomot használtam, amin négy lyuk van kifúrva, ezekbe öntöttem vizet.



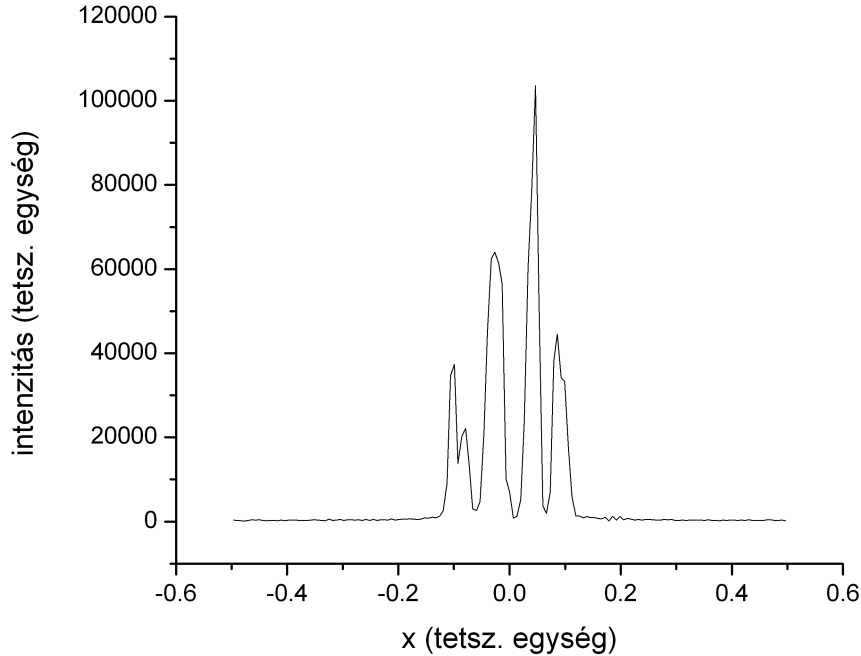
4.49. ábra. A négylyukú fantom gradiens nagyságának méréséhez.

Erről készítettem egydimenziós képet a Golay-tekercs segítségével. A 4.50 ábrán láthatjuk az első 90° -os RF impulzust, majd a 180° -osat, és a gradiens echot.



4.50. ábra. Időfüggő NMR mérés eredménye a fenti fantomra gradiens echoval.

A 4.50 ábrán látjuk a kapott képet a négy furatról.



4.51. ábra. Az egydimenziós kép a négylyukú fantomról.

Ebből ki tudjuk számolni a gradiens nagyságát. A két szélső furat középpontjának távolsága $L = (9 \pm 0,1)$ mm. A kép 151 pontot tartalmaz, így a felbontás $\Delta x = \frac{L}{\Delta f \cdot 151} = (0,32 \pm 0,01)$ mm, ahol $\Delta f = 0,185 \pm 0,005$ a két szélső furat távolsága a képen. A k-térben az ablak nagysága $K = \frac{1}{\Delta x} = (3,106 \pm 0,116) \frac{1}{\text{mm}}$. Továbbá $K = \frac{\gamma}{2\pi} \cdot G \cdot t_g$, ahol G a gradiens nagysága, $t_g = 2$ ms a kiolvasó gradiens ideje. Így tehát $G = \frac{K}{\frac{\gamma}{2\pi} \cdot t_g} = (3,6 \pm 0,1) \frac{\text{Gauss}}{\text{cm}}$. Ez 10 A meghajtó áram mellett mért érték. Most használjuk a 4.2 képletet, és számítsuk ki, mekkora kell legyen a gradiens nagysága. A Golay-tekerics sugara $r = 16$ mm, menetszáma $N = 1$, így $G = 10 \cdot \frac{91,915}{16^2} = 3,59 \frac{\text{Gauss}}{\text{cm}}$, ami nagyon szépen egyezik a mért $3,6 \frac{\text{Gauss}}{\text{cm}}$ értékkel. Ebből is látható, hogy a gradiens echo képalkotáson alapuló gradiensmérés sokkal pontosabb.

4.3. Diffúzió mérése

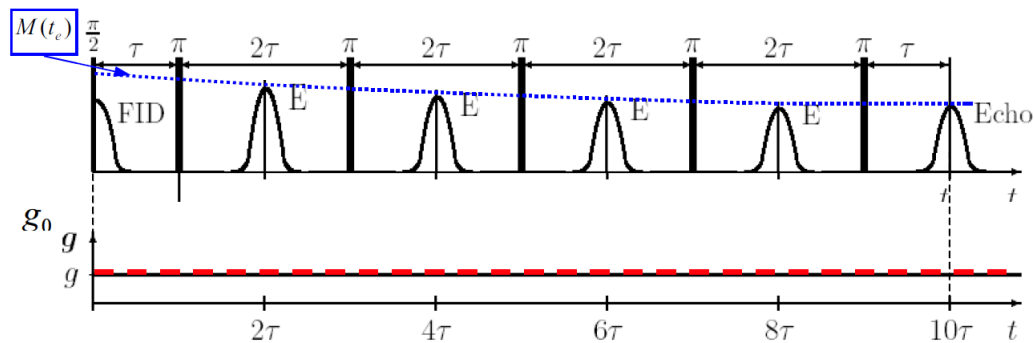
Ebben a részben kerülnek bemutatásra az elkészült mérőfejekkel elvégzett mérések. Először desztillált vízen mértünk diffúziós állandót szobahőmérsékleten, az arra alkalmas szobahőmérsékletű proton-NMR mérőfejjel, majd hőmérsékletfüggő méréseket végeztünk mind desztillált vízen, mind lizozim-oldaton.

4.3.1. Desztillált víz

Lehetőség van időben állandó gradiens mellett mérni diffúziót. A szobahőmérsékletű proton-NMR mérőfejjel kezdtem el diffúziót mérni, először tehát ezt a módszert alkalmaztam. Víz diffúziós együtthatóját mértem. Tekintsük a Carr-Purcell-Meiboom-Gill (CPMG) sorozatot. A kapott echo amplitúdók a következő összefüggés szerint változnak[7]:

$$M(t_e = n2\tau, g_0) = M_0 \cdot \exp\left(-\left[\frac{1}{3}(\gamma g_0 \tau)^2 D + \frac{1}{T_2}\right]t_e\right). \quad (4.3)$$

Itt M jelenti az echo amplitúdót, γ a giromágneses tényezőt jelöli, g_0 a gradiens erősségét, 2τ az egyes pulzusok közt eltelt idő és D a diffúziós állandó.



4.52. ábra. CPMG-echo sorozat, konstans gradiens mellett. π jelöli a 180° -os pulzust, $\frac{\pi}{2}$ pedig a 90° -osat. E jelöli az echo-t.

A mérés során a következő értékekkel dolgoztam: $\tau = 50$ ms, azaz 100 ms idő van két echo között. A repetíciós idő $d1 = 10$ s, hogy legyen elég idő arra, hogy visszaálljon az egyensúlyi mágnesezettség. A mérési idő $aq = 2$ s. Az echo amplitúdókat ábrázolva (4.53 ábra) az idő függvényében és exponenciálist illesztve megkapjuk a transzverzális relaxációs időt, $T_2 = (430 \pm 16)$ ms.

Négy különböző meghajtó áram mellett mértem. Rendre 50 mA, 100 mA, 150 mA és 200 mA. Vezessük be az alábbi jelölést:

$$\frac{1}{t_2} = \frac{1}{3}(\gamma g_0 \tau)^2 D + \frac{1}{T_2}. \quad (4.4)$$

Ezzel

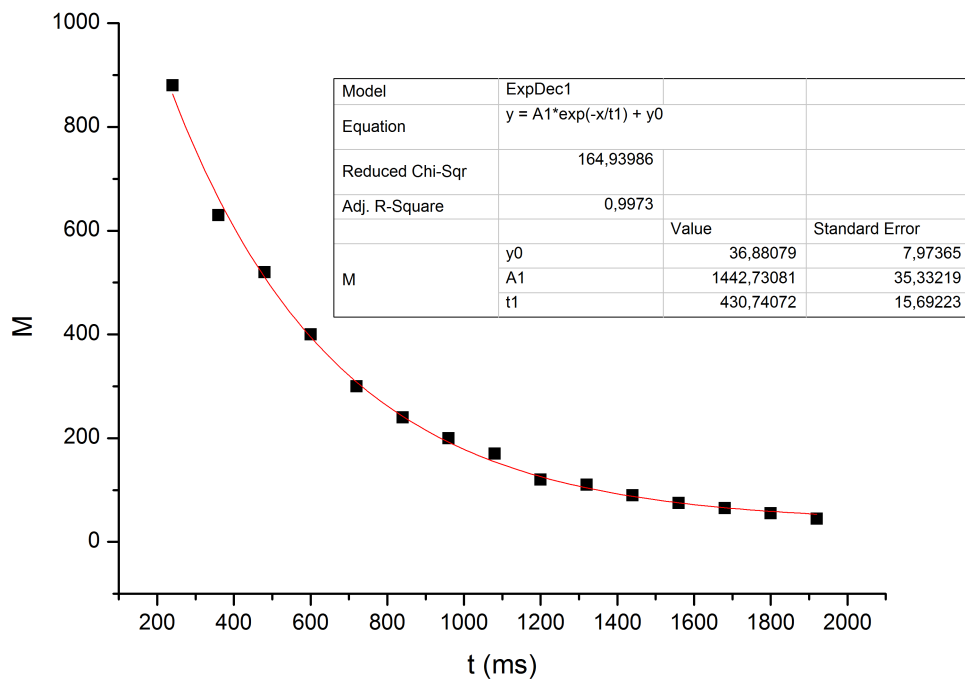
$$M(t_e = n2\tau, g_0) = M_0 \cdot \exp\left(-\frac{t}{t_2}\right), \quad (4.5)$$

továbbá

$$\xi = \frac{1}{3}(\gamma g_0 \tau)^2, \quad (4.6)$$

és így

$$\frac{1}{t_2} = \xi D + \frac{1}{T_2}. \quad (4.7)$$



4.53. ábra. Lecsengő exponenciális illesztése a különböző időknél mért echo amplitúdókra.

A 4.2 táblázatban láthatjuk, hogy a különböző meghajtó áramok mellett mekkora g_0 illetve ξ értéke.

meghajtó áram (A)	$g_0(\frac{\text{Gauss}}{\text{cm}})$	$\xi(10^8 \frac{1}{\text{m}^2})$
0,05	0,09	0,48
0,1	0,18	1,93
0,15	0,27	4,34
0,2	0,36	7,71

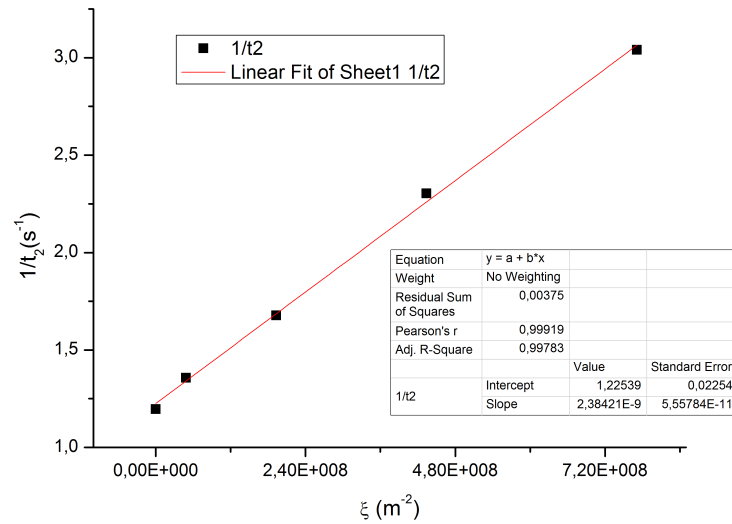
4.2. táblázat. A mágneses térgradiens nagysága és ξ értékei (lásd 4.6 egyenlet) a meghajtó áram függvényében.

ξ függvényében ábrázolva $\frac{1}{t_2}$ -t az egyenes meredeksége lesz a diffúziós együttható.

$\xi(10^8 \frac{1}{\text{m}^2})$	$\frac{1}{t_2}(\frac{1}{\text{s}})$
0	1,2
0,48	1,36
1,93	1,68
4,34	2,30
7,71	3,04

4.3. táblázat. ξ és $\frac{1}{t_2}$ lineáris kapcsolatban állnak (lásd 4.6 és 4.7 egyenletek).

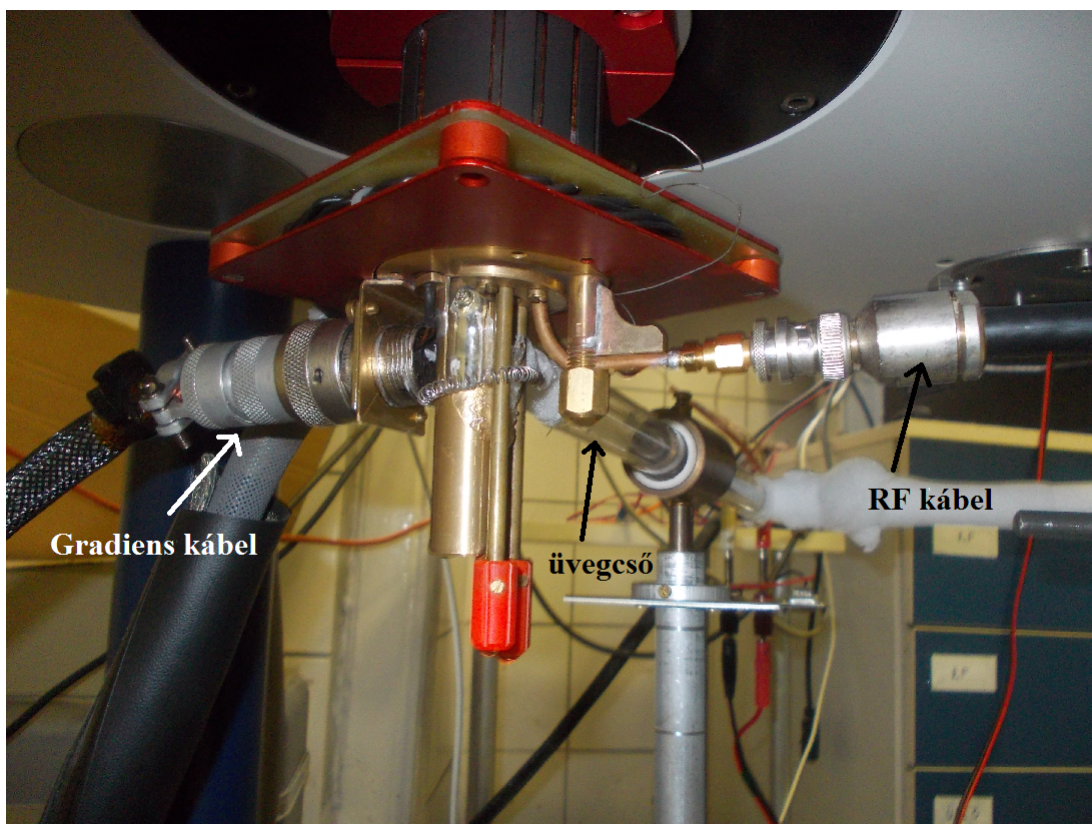
A következő, 4.54 ábrán az illesztett egyenest láthatjuk, aminek a meredeksége a keresett diffúziós együttható.



4.54. ábra. Egyenes illesztés 4.7 egyenlet alapján, a meredekség a diffúziós együttható.

Ezek alapján tehát a víz diffúziós együtthatója $D = (2,38 \pm 0,06) \cdot 10^{-9} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$. Az irodalmi érték $D = 2,29 \cdot 10^{-9} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$ [7, 19]. Tehát közelítőleg megkaptuk az irodalmi értéket, az eltérés oka a hőmérsékletkülönbségben és a különböző víz tisztaságban keresendő.

Miután sikerült diffúziót mérni állandó gradiens mellett, megpróbáltunk pulzusgradiens módszerrel mérni. Kezdetben nem sikerült, mivel a gradiens erősítő valami oknál fogva nem mindig adta ki a beprogramozott gradienspulzusokat. Sok idő elment azzal, hogy ezt a hibát kijavítsuk. Végül a konzol egyik áramköri lapjának cseréjével megoldódott ez a probléma. A hőmérsékletfüggő proton-NMR mérőfejjel desztillált vízben mértük meg a diffúziós együtthatót. Egy tartályt folyékony nitrogénnel töltöttünk meg, ebből vezettük rá a mérőfejre, így a mintára a nitrogén gázt. A hőmérséklet szabályozását fűtőszállal és hőmérővel oldottuk meg (lásd a 3.2 alfejezetet). Az alábbi, 4.55 ábrán láthatjuk a csatlakozásokat a mérőfejhez.



4.55. ábra. Csatlakozások a hőmérsékletfüggő proton-NMR mérőfejhez.

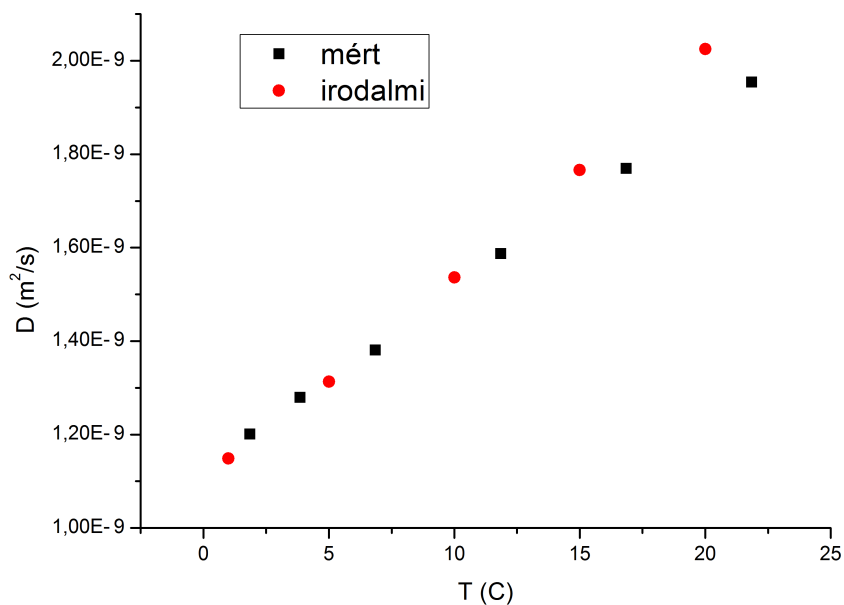
Az irodalomból ismert a desztillált víz diffúziós együtthatójának hőmérsékletfüggése[19]. A 4.4 táblázatban összefoglalom a mért diffúziós értékeket. A diffúziós együtthatót adott esetben többször is lemértem (D_1 , D_2 és D_3), hogy a reprodukálhatóságot ellenőrizzem.

A 4.56 grafikonon láthatjuk a mért és az irodalmi értékeket összehasonlítva. Látható, hogy $0\text{ }^\circ\text{C}$ és $10\text{ }^\circ\text{C}$ között a mért és az irodalmi adatok szépen illeszkednek egy egyenesre, míg a magasabb hőmérsékleteken kissé magasabb irodalmi értékek szerepelnek, mint amit

$T(K)$	$D_1(10^{-9}\frac{m^2}{s})$	$D_2(10^{-9}\frac{m^2}{s})$	$D_3(10^{-9}\frac{m^2}{s})$	$\bar{D}(10^{-9}\frac{m^2}{s})$
295	1,955	1,954	1,954	1,954
290	1,768	1,763	1,775	1,770
285	1,588	-	-	1,588
280	1,385	1,377	-	1,381
277	1,270	1,289	-	1,279
275	1,200	1,203	1,200	1,201
273	1,124	1,134	-	1,129
271	1,096	1,093	-	1,095
268	0,987	0,998	-	0,993
265	0,900	0,882	0,884	0,888

4.4. táblázat. Diffúziós együtthatók különböző hőmérsékleten, ultratiszta desztillált vízben mérve. A diffúziós együttható alsó indexe a különböző mérésekre utal adott hőmérsékleten. Az utolsó oszlopban az átlagértékek szerepelnek.

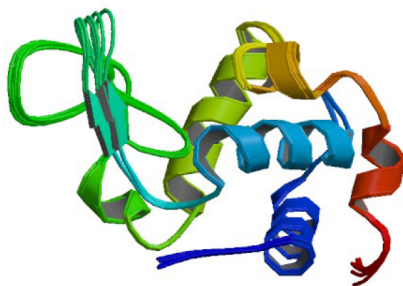
a mérésekből kaptunk. Ennek okát egyelőre nem tudjuk, lehet az oka a hőmérsékletbeli kis eltérés is.



4.56. ábra. Desztillált víz diffúziós együtthatójának hőmérsékletfüggése.

4.3.2. Lizozim vizes oldata

A lizozim a tojásfehérje egyik fő összetevője. Ez egy olyan enzim, mely a baktériumok sejt-falát pusztítja, és így az immunrendszerben játszik szerepet[16]. A 4.57 ábrán láthatjuk a sematikus vázát ennek a makromolekulának.



4.57. ábra. Lizozim fehérje sematikus ábrája. Fehérje Protein Data Bank azonosító 1E8L.[16, 20]

Miután sikerült desztillált vizen diffúziós együtthatót mérni, a következő lépés lizozim vizes oldatán² történő mérés volt. A mért értékeket a 4.5 táblázat tartalmazza.

$T(\text{K})$	$D_1(10^{-9}\frac{\text{m}^2}{\text{s}})$	$D_2(10^{-9}\frac{\text{m}^2}{\text{s}})$	$\bar{D}(10^{-9}\frac{\text{m}^2}{\text{s}})$
298	2,046	2,038	2,042
290	1,710	-	1,710
280	1,373	-	1,373
270	1,061	-	1,061
274	0,979	0,975	0,977
276	1,010	1,017	1,013
280	1,099	1,108	1,104
284	1,177	1,176	1,176
288	1,245	1,245	1,245
292	1,286	1,289	1,287

4.5. táblázat. Lizozim-oldaton mért diffúziós állandó különböző hőmérsékleteken. D_1 és D_2 az adott hőmérsékleten elvégzett több mérésre utal.

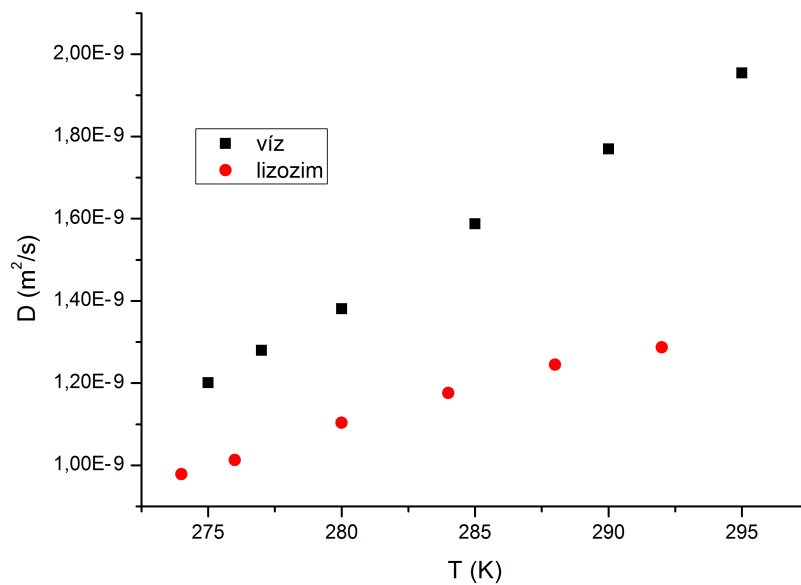
²(56 mg lizozim (Sigma L6876-5G, fehérje tartalom > 90%) feloldva 100 μL ultratiszta desztillált vízben)

A diffúziós együttható az alábbi kapcsolatban áll a hőmérséklettel és a mozgási aktivációs energiával[21]:

$$D = D_0 \cdot e^{-\frac{Q}{RT}}, \quad (4.8)$$

ahol D_0 állandó, Q a mozgási aktivációs energia (J/mol), R az egyetemes gázállandó ($R = 8,314 \cdot \frac{\text{J}}{\text{mol K}}$).

A 4.58 ábrán látható a desztillált víz és a lizozim diffúziós együtthatójának hőmérsékletfüggése. Meg szeretnénk határozni ez alapján a mozgási aktivációs energiát.



4.58. ábra. Desztillált víz és lizozim-oldatban lévő víz diffúziós együtthatójának hőmérsékletfüggése

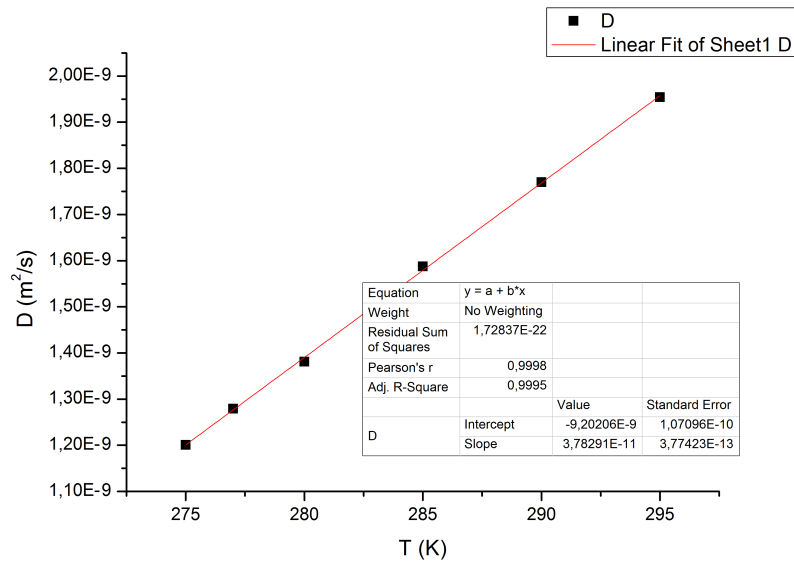
Mivel a mérési pontok egy egyenesre illeszkednek rá, ezért nem exponenciális illesztéssel határozzuk meg Q értékét. Ehelyett deriváljuk le a (4.8) egyenletet:

$$D' = D_0 \cdot e^{-\frac{Q}{RT}} \cdot \frac{Q}{RT^2} = D \cdot \frac{Q}{RT^2}. \quad (4.9)$$

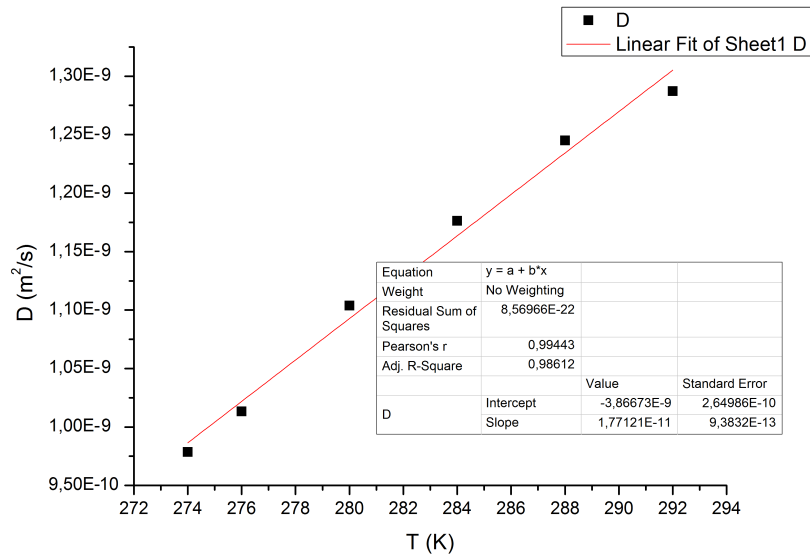
Innen adódik a mozgási aktivációs energia:

$$Q = \frac{D' \cdot R \cdot T^2}{D}. \quad (4.10)$$

Egyenest illesztettem tehát a mért adatokra, hogy a meredekséget meghatározzam:



4.59. ábra. Desztillált víz diffúziós együtthatójának hőmérsékletfüggése, egyenest illesztve ezen $D - T$ adatokra.



4.60. ábra. Lizozim-oldatban lévő víz diffúziós együtthatójának hőmérsékletfüggése, egyenest illesztve ezen $D - T$ adatokra.

Desztillált vízre:

$$Q_{viz} = \frac{3,78 \cdot 10^{-11} \frac{\text{m}^2}{\text{sK}} \cdot 8,314 \frac{\text{J}}{\text{mol K}} \cdot (285\text{K})^2}{1,59 \cdot 10^{-9} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}} = (16054 \pm 170) \frac{\text{J}}{\text{mol}}, \quad (4.11)$$

míg lizozim-oldatra:

$$Q_{lizozim} = \frac{1,8 \cdot 10^{-11} \frac{\text{m}^2}{\text{sK}} \cdot 8,314 \frac{\text{J}}{\text{mol K}} \cdot (284\text{K})^2}{1,18 \cdot 10^{-9} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}} = (10229 \pm 573) \frac{\text{J}}{\text{mol}}. \quad (4.12)$$

Látható, hogy a lizozim oldatban a vízmolekulák mozgási aktivációs energiája kisebb, mint a desztillált vízben, tehát a lizozim-víz kötés gyengébb, mint a víz-víz kötés, erre más mérések is utalnak[22].

5. fejezet

Konklúzió és kitekintés

Dolgozatomban bemutatásra került a magmágneses rezonancia elméleti és technikai háttere, a diffúzió rövid elméleti összefoglalója. Három mérőfejet építettem, egy szobahőmérsékleten működő proton-NMR mérőfejet, egy hőmérsékletfüggő diffúziós mérésekre alkalmas proton-NMR mérőfejet és egy oktatási használatra készült MRI mérőfejet. Megmértem a desztillált víz öndiffúziós együtthatóját a 273 K - 295 K hőmérséklettartományban, mely jó egyezésben áll az irodalmi értékekkel. Lizozim-oldaton végzett hasonló méréssel meghatároztam a mozgási aktivációs energiákat mind a víz, mind a lizozim-oldaton a 273 K - 295 K hőmérséklettartományon. Feltételezéseink szerint a transzlációs diffúziós mozgásra vonatkozó kisebb aktivációs energia lizozim-oldatban egyben azt is jelenti, hogy a víz-víz kötés erősebb, mint a fehérje-víz kötés. A fagyasztott fehérjeoldatokon mért szélesjelű ^1H NMR spektrometriás eredmények is erre engednek következtetni[22], ui. a fehérjemolekulákkal kölcsönhatásban lévő hidratációs vízmolekulák már akár $-50\text{ }^\circ\text{C}$ -on is mozgékonyak, kvázi megolvadnak. Vagyis a fehérje-víz kötés megbontásához sokkal kisebb energia kell, mint a víz-víz kölcsönhatás esetében (jég olvadáspontja 0 °).

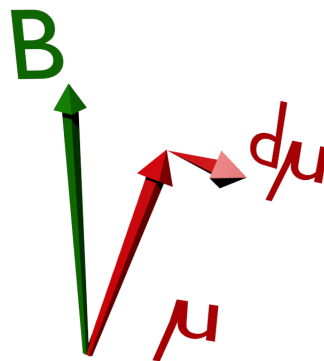
A közeljövőben élettani szempontból fontos fehérjék oldatain szeretnénk a transzlációs diffúzió aktiválási energiájának hőmérsékletfüggését tanulmányozni $0\text{ }^\circ\text{C}$ és $60\text{ }^\circ\text{C}$ között.

A. Függelék

Larmor-precesszió szögsebességének számítása

A mozgásegyenlet:

$$\frac{d\boldsymbol{\mu}}{dt} = \gamma \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B}$$



A.1. ábra. A mágneses momentum precessziója a mágneses tér körül.

Kicsiny dt idő alatt a mágneses momentum változása

$$d\boldsymbol{\mu} = \gamma \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B} \cdot dt$$

Legyen Θ a mágneses tér és a mágneses momentum által bezárt szög, továbbá $\boldsymbol{\mu}_\perp$ a mágneses momentumnak a mágneses térre merőleges síkra eső vetülete. Ekkor

$$\boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B} = \boldsymbol{\mu}_\perp \times \mathbf{B}$$

és így

$$|d\boldsymbol{\mu}| = \gamma|\boldsymbol{\mu}| \cdot |\mathbf{B}| \cdot \sin(\theta) \cdot dt = \gamma|\boldsymbol{\mu}_\perp| \cdot |\mathbf{B}| \cdot dt$$

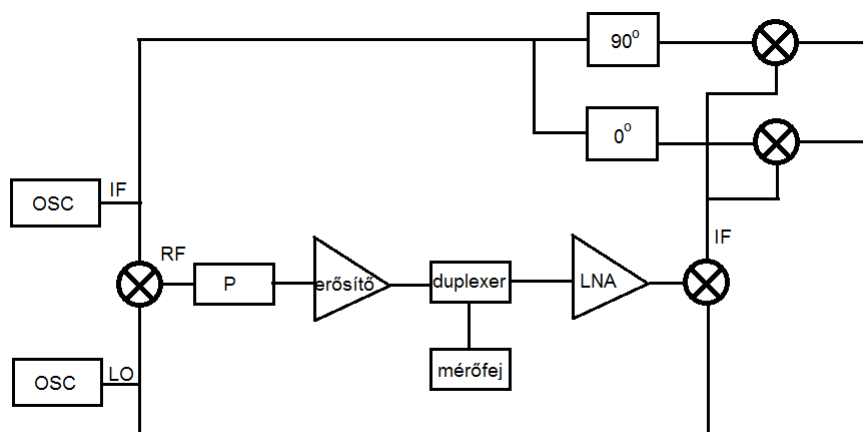
A precesszió szögsebessége:

$$\omega = \frac{d\phi}{dt} = \frac{1}{dt} \cdot \frac{|d\boldsymbol{\mu}|}{|\boldsymbol{\mu}_\perp|} = \gamma|\mathbf{B}|$$

B. Függelék

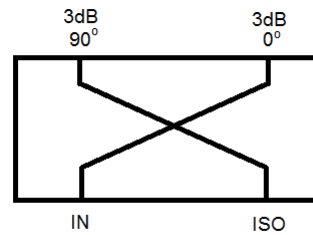
Az NMR spektrométer

A heterodin technika rendkívül fontos részét képezi az NMR spektroszkópiának. A detektált jelek frekvenciája az adó-vevőben a vivőhullám frekvenciájától függetlenül állandó, és az információt szűk sávban mozgó frekvenciájú jelbe kódolják (*intermediate frequency*, IF). Ezt a jelet egy mixer összekeveri egy szélessávban hangolható lokál-oszcillátor jelével (*local oscillator*, LO). Ennélfogva megjelennek az $RF=LO+IF$ és $RF=LO-IF$ frekvenciák (ez lesz a *rádiófrekvenciás* jel, RF). Az adó ezt sugározza ki. A vevőben ki kell választani a LO frekvenciát, és ezzel összekeverve a beérkező jelet, újra előáll az IF frekvencia.



B.1. ábra. Az NMR berendezés blokkvázlata. P: pulzusgenerátor, LNA: kis-zajú előerősítő.

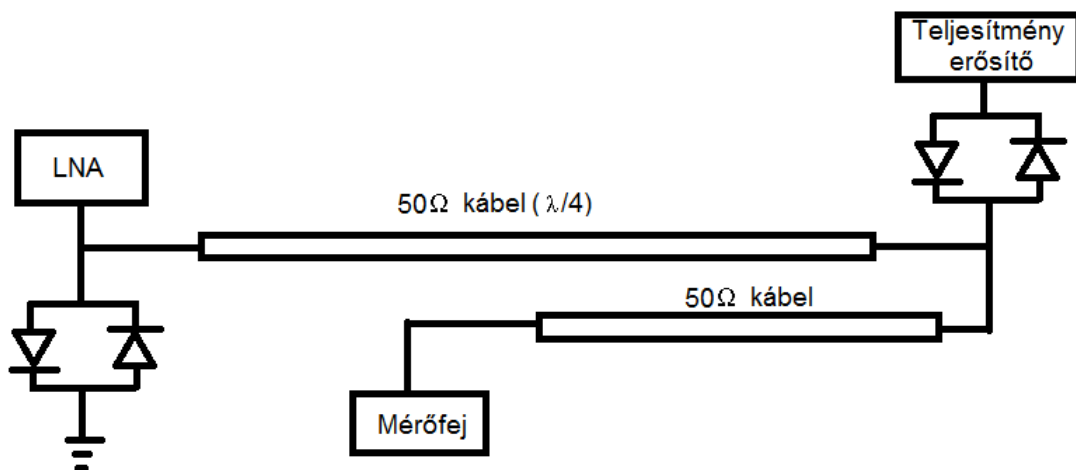
Az NMR jel lényegében egy rádiófrekvenciás jel, aminek mind a fázisa, mind az amplitúdója információt hordoz. Így a teljes NMR jelet akkor kaphatjuk meg, ha mérjük a meghajtó oszcillátorhoz képest fázisban és 90°-ban eltolt komponensek amplitúdóit is. Ezek egyidőben történő mérését nevezzük kvadrátúra detektálásnak, amit a blokk-diagrammon



B.2. ábra. A 90° -os hibrid áramkör sémája. IN és ISO bemeneti jelek teljesítményének fele-fele jelenik meg a kimeneten egymásra szuperponálódva úgy, hogy az egyik komponens fázisa 90° -kal el van tolva.

látható 90° *hybrid coupler* valósít meg. A B.2 ábra a 90° *hybrid coupler* sematikus megvalósítását mutatja.

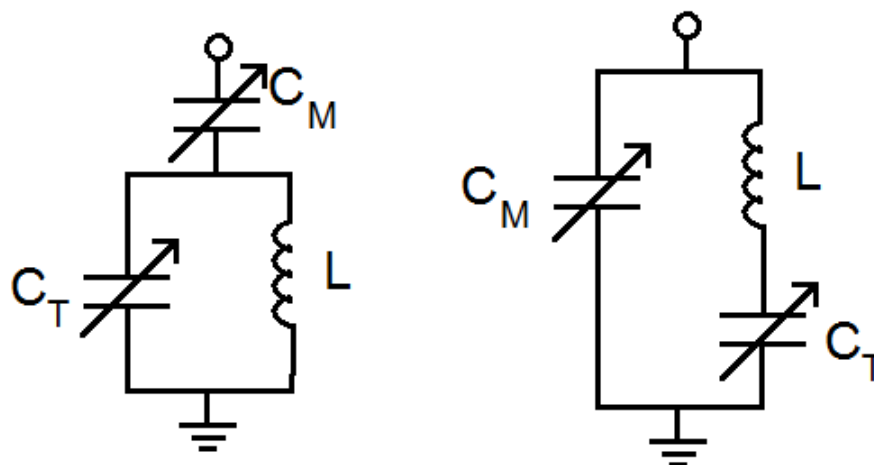
A besugárzás során a teljesítményerősítő felől több száz V-os feszültségimpulzusok jutnak a mintába. A minta pedig csak néhány μV -os feszültséget indukál a tekercsben, ezt kell mérjünk, azaz ez kerül a kis-zajú előerősítőbe. Ennek technikai megoldására szolgál a duplexer.



B.3. ábra. A duplexer sematikus rajza.

A $\lambda/4$ -es kábelnek köszönhetően amikor a teljesítményerősítő kiadja a pulzust, a közeli diódapár kinyit, míg a távolabbi diódapár a föld felé nyit, így az LNA védett lesz a nagyenergiájú besugárzással szemben, és a teljes pulzus a mintába megy. Amikor viszont a magok gyenge jelét vesszük, mindkét diódapár lezár, és így a teljes jel az LNA-ba jut.

Szükséges, hogy a rádiófrekvenciás jelek hatékonyan terjedjenek a mintáig, illetve on-



B.4. ábra. Rezgőkör 200MHz alatti frekvenciákhoz (esetünkben ^{23}Na , ^{35}Cl illetve ^{37}Cl atommagokhoz) és 200MHz fölötti frekvenciákhoz (esetünkben például ^1H , ^{19}F)

nan a vevőbe. Ehhez szükséges, hogy a kábelt, amiben terjed a jel, a kábelével megegyező impedanciával zárjuk le. A gyakorlatban legtöbbször 50Ω -os kábeleket használnak. Ezért a lezárás is valós 50Ω kell legyen. Ezt nem célszerű ohmikus elemmel megoldani, hanem a B.4 ábrán is látható, kondenzátorokból és egy tekercsből megvalósított rezgőkörrel érjük el. A két kondenzátor nagyságát változtatni lehet, C_T -vel állíthatjuk a rezonancia helyét (*tuning*, azaz hangoló), míg C_M -el az impedancia képzetes részét tüntethetjük el (*matching*, azaz illesztő).

Magasabb frekvenciáknál, például amikor hidrogén atommagokat mérünk, célszerűbb a jobb oldali rezgőkört használni. A későbbiekben bemutatott mérőfej fejlesztésénél is ezt az áramkört valósítom meg.

C. Függelék

Maxwell-pár terének számítása

Az alábbiakban közlöm a Maxwell-pár terének számítását végző programkódot.

```
#include<iostream>
#include<cmath>
#include<fstream>
#include<iomanip>
using namespace std;

int main()
{
    cout<<"Maxwell-fele gradiens tekeracs."<<endl;

    ofstream fout;
    double r, a, L, y, dx, dphi, Bz, By, x;
    double *bz, *by, *grad;
    int N, M;

    cout<<"Tekercsek sugara[mm]: "; cin>>r;
    cout<<"Tekercsek tavolsaga[mm]: "; cin>>a; a/=2;
    cout<<"Vizsgalati tartomany hossza[mm]: "; cin>>L; L/=2;
    cout<<"Vizsgalati tengely tavolsaga a szimmetriatengelytol[mm]: "; cin>>y;
    cout<<"Vizsgalati tartomany felosztasa N reszre. N= "; cin>>N;
    cout<<"Tekercsek felosztasa M reszre. M="; cin>>M; M/=2;

    dx=2*L/N;
    dphi=3.141592654/M;

    bz=new double[N];
    by=new double[N];
    grad=new double[N];
```

```

for (int i=0;i<N;i++)
{
    Bz=0;
    By=0;
    x=-L+i*dx;
    for (int j=0;j<M;j++)
    {
        Bz+=-pow(pow(a-L+i*dx,2)+pow(y+r*cos(j*dphi),2)+
            pow(r*sin(j*dphi),2),-1.5)*(r+y*cos(j*dphi))*2*r*dphi +
            pow(pow(-a-L+i*dx,2)+pow(y+r*cos(j*dphi),2)+
            pow(r*sin(j*dphi),2),-1.5)*(r+y*cos(j*dphi))*2*r*dphi;

        By+=pow(pow(a-L+i*dx,2)+pow(y+r*cos(j*dphi),2)+
            pow(r*sin(j*dphi),2),-1.5)*((a-L+i*dx)*cos(j*dphi))*2*r*dphi +
            pow(pow(-a-L+i*dx,2)+pow(y+r*cos(j*dphi),2)+
            pow(r*sin(j*dphi),2),-1.5)*((a+L-i*dx)*cos(j*dphi))*2*r*dphi;
    }
    bz[i]=Bz;
    by[i]=By;
}

grad[0]=(bz[1]-bz[0])/dx;
for (int i=1;i<N-1;i++)
{
    grad[i]=(bz[i+1]-bz[i-1])/(2*dx);
}
grad[N-1]=(bz[N-1]-bz[N-2])/dx;

fout.open("terek.dat");
if(fout.fail()){cerr<<"terek.dat letrehozasa nem sikerult.\n";
    cin.get(); exit(1);}
fout.setf(ios::left);
fout<<setw(20)<<"z [mm]"<<setw(20)<<"Bz [Gauss]"<<
setw(20)<<"By [Gauss]"<<setw(20)<<"Gradz [Gauss/mm]"<<endl;
for (int i=0;i<N;i++)
{
    x=-L+i*dx;
    fout<<setw(20)<<x<<setw(20)<<bz[i]<<setw(20)<<by[i]<<setw(20)<<grad[i]<<endl;
}
fout.close();

cin.get();
return 0;
}

```

D. Függelék

Goley-tekercs terének számítása

Az alábbiakban közlöm a Golay-tekercs terének számítását végző programkódot.

```
void zline(double lx, double ly, double lz1, double lz2, double px, double py, double pz, double *b, int N);
void zcircle(double beta1, double beta2, double r, double cz, double px, double py, double pz, double *b, int N);
```

D.1. ábra. függv.h állomány

```
#include<iostream>
#include<cmath>
#include "függv.h"

using namespace std;

void zline(double lx, double ly, double lz1, double lz2, double px, double py, double pz, double *b, int N)
{
    double dz=(lz2-lz1)/N;
    double rcube;//rcube=1/(r*r*r);
    for(int i=0;i<N;i++)
    {
        rcube=pow((px-lx)*(px-lx)+(py-ly)*(py-ly)+(pz-lz1-i*dz)*(pz-lz1-i*dz),-1.5);
        b[0]+=dz*(ly-py)*rcube;
        b[1]+=dz*(px-lx)*rcube;
        //b[2]+=0;
    }
}

void zcircle(double beta1, double beta2, double r, double cz, double px, double py, double pz, double *b, int N)
{
    double dbeta=(beta2-beta1)/N;
    double rcube;//rcube=1/(r*r*r);
    double beta;
    for(int i=0;i<N;i++)
    {
        beta=beta1+i*dbeta;
        rcube=pow((px-r*cos(beta))*(px-r*cos(beta))+(py-r*sin(beta))*(py-r*sin(beta))+(pz-cz)*(pz-cz),-1.5);
        b[0]+=r*dbeta*(pz-cz)*cos(beta)*rcube;
        b[1]+=r*dbeta*(pz-cz)*sin(beta)*rcube;
        b[2]+=r*dbeta*(r-py*sin(beta)-px*cos(beta))*rcube;
    }
}
```

D.2. ábra. függv.cpp állomány


```

#include<iostream>
#include<cmath>
#include<fstream>
#include<iomanip>
#include "fuggv.h"

using namespace std;

int main()
{
    cout<<"Golay tekerecs\n";

    double r, d, l, z0, alpha, S, Phi;
    double *Bx, *By, *Bz, *s, *gradz, *Bseged, *x, *y;
    double Pi=3.141592654;
    int N, M;

    cout<<"henger sugara(r) [mm]: "; cin>>r;
    cout<<"tekercek kozti res merete(d) [mm]: "; cin>>d;
    cout<<"egyenes szakasz hossza(l) [mm]: "; cin>>l;
    cout<<"koriv latoszog(Phi) [fok]: "; cin>>Phi; Phi*=Pi/180;
    cout<<"\negyenes parameterei, ami menten szamol\n\n";
    cout<<"tengelymetszet(z0) [mm]: "; cin>>z0;
    cout<<"x tengellyel bezart szog(alpha) [fok]: "; cin>>alpha; alpha*=Pi/180;
    cout<<"egyenesen -S-tol +S-ig szamol. S[mm]: "; cin>>S;
    cout<<"vezetek felosztasa M reszre: "; cin>>M;
    cout<<"egyenes felosztasa N reszre: "; cin>>N;

    Bx=new double[N];
    By=new double[N];
    Bz=new double[N];
    s=new double[N];
    gradz=new double[N];
    Bseged=new double[3];
    x=new double[N];
    y=new double[N];

```

```

for(int i=0;i<N;i++)
{
    s[i]=-S+2*S/N*i;
    Bseged[0]=Bseged[1]=Bseged[2]=0;
    x[i]=s[i]*cos(alpha);
    y[i]=s[i]*sin(alpha);

    zline(r*sin(Phi/2), r*cos(Phi/2), -d/2-l, -d/2, x[i], y[i], z0, Bseged,M);
    zline(-r*sin(Phi/2), r*cos(Phi/2), -d/2, -d/2-l, x[i], y[i], z0, Bseged,M);
    zline(r*sin(Phi/2), -r*cos(Phi/2), -d/2-l, -d/2, x[i], y[i], z0, Bseged,M);
    zline(-r*sin(Phi/2), -r*cos(Phi/2), -d/2, -d/2-l, x[i], y[i], z0, Bseged,M);

    zline(r*sin(Phi/2), r*cos(Phi/2), d/2+l, d/2, x[i], y[i], z0, Bseged,M);
    zline(-r*sin(Phi/2), r*cos(Phi/2), d/2, d/2+l, x[i], y[i], z0, Bseged,M);
    zline(r*sin(Phi/2), -r*cos(Phi/2), d/2+l, d/2, x[i], y[i], z0, Bseged,M);
    zline(-r*sin(Phi/2), -r*cos(Phi/2), d/2, d/2+l, x[i], y[i], z0, Bseged,M);

    zcircle(Pi/2-Phi/2, Pi/2+Phi/2, r, -d/2, x[i], y[i], z0,Bseged,M);
    zcircle(Pi/2+Phi/2, Pi/2-Phi/2, r, -d/2-l, x[i], y[i], z0,Bseged,M);
    zcircle(-Pi/2+Phi/2, -Pi/2-Phi/2, r, -d/2, x[i], y[i], z0,Bseged,M);
    zcircle(-Pi/2-Phi/2, -Pi/2+Phi/2, r, -d/2-l, x[i], y[i], z0,Bseged,M);

    zcircle(Pi/2-Phi/2, Pi/2+Phi/2, r, d/2, x[i], y[i], z0,Bseged,M);
    zcircle(Pi/2+Phi/2, Pi/2-Phi/2, r, d/2+l, x[i], y[i], z0,Bseged,M);
    zcircle(-Pi/2+Phi/2, -Pi/2-Phi/2, r, d/2, x[i], y[i], z0,Bseged,M);
    zcircle(-Pi/2-Phi/2, -Pi/2+Phi/2, r, d/2+l, x[i], y[i], z0,Bseged,M);

    Bx[i]=Bseged[0];
    By[i]=Bseged[1];
    Bz[i]=Bseged[2];
}

gradz[0]=(Bz[1]-Bz[0])/(2*S/N);
for(int i=1;i<N-1;i++)
{
    gradz[i]=(Bz[i+1]-Bz[i-1])/(4*S/N);
}
gradz[N-1]=(Bz[N-1]-Bz[N-2])/(2*S/N);

ofstream fout;
fout.open("golay.dat");
if(fout.fail()){cerr<<"golay.dat létrehozasa nem sikerult.\n"; cin.get(); exit(1);}

fout.setf(ios::left);
fout<<setw(20)<<"s [mm]"<<setw(20)<<"x [mm]"<<setw(20)<<"y [mm]"<<setw(20)<<"z [mm]"<<
setw(20)<<"Bx[Gauss]"<<setw(20)<<"By[Gauss]"<<setw(20)<<"Bz[Gauss]"<<setw(20)<<"GradZ[Gauss/mm]"<<endl<<endl;

for(int i=0;i<N;i++)
{
    fout<<setw(20)<<s[i]<<setw(20)<<x[i]<<setw(20)<<y[i]<<setw(20)<<z0<<setw(20)<<Bx[i]<<setw(20)<<
    By[i]<<setw(20)<<Bz[i]<<setw(20)<<gradz[i]<<endl;
}

fout.close();
return 0;
}

```

D.3. ábra. main.cpp állomány

Irodalomjegyzék

- [1] M. P. F. Bloch, W. W. Hansen, „Nuclear Induction,” *Physical Review*, vol. 69, 1946.
- [2] E. M. Purcell, H. C. Torrey, and R. V. Pound, „Resonance absorption by nuclear magnetic moments in a solid,” *Phys. Rev.*, vol. 69, pp. 37–38, Jan 1946.
- [3] P. T. K. Tompa, M. Bokor, *Intrinsically Disordered Protein Analysis, Wide-line NMR and Protein Hydration*. New York: Humana Press, 1st ed., 2012.
- [4] S. B. Eiichi Fukushima, *Experimental Pulse NMR*.
- [5] C. P. Slichter, *Principles of Magnetic Resonance*. New York: Springer-Verlag, 3rd ed. 1996 ed., 1989.
- [6] G. Fábrián, *Electron Spin Resonance Spectroscopy on Graphite Intercalation Compounds, Master’s thesis*. Budapest, Hungary: BME, 2011.
- [7] D. habil. Frank Stallmach, „Fundamentals of Pulsed Field Gradient Nuclear Magnetic Resonance. PFG NMR Studies with Ultra-High Intensity Magnetic Field Gradients,”
- [8] D. K. Jones, *Diffusion MRI*. 2011.
- [9] J. R. G. J. Thomas Vaughan, *RF coils for MRI*. 2012.
- [10] „Solenoid.” <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/magnetic/solenoid.html>.
- [11] C. E. Hayes, W. A. Edelstein, J. F. Schenck, O. M. Mueller, and M. Eash, „An efficient, highly homogeneous radiofrequency coil for whole-body {NMR} imaging at 1.5 t,” *Journal of Magnetic Resonance (1969)*, vol. 63, no. 3, pp. 622 – 628, 1985.
- [12] A. Kettinger, *Building MRI probehead for a 7T Bruker NMR device, Master’s thesis*. Budapest, Hungary: BME, 2014.

- [13] H. C. Torrey, „Bloch equations with diffusion terms,” *Phys. Rev.*, vol. 104, pp. 563–565, Nov 1956.
- [14] J. E. O. Stejskal, „Spin diffusion measurements: Spin echoes in the presence of a time dependent field gradient,” *J. Chem. Phys.*, vol. 42, 1965.
- [15] R. W. B. E. Mark Haacke, *Magnetic Resonance Imaging: Physical Principles and Sequence Design*. 1999.
- [16] A. Karsa, *Na-23 and Cl-35 NMR of saline solutions, Master’s thesis*. Budapest, Hungary: BME, 2014.
- [17] „Temperature controller.” <http://www.nature.com/nchem/journal/v3/n10/full/nchem.1143.html>.
- [18] J. R. G. J. Thomas Vaughan, *RF coils for MRI*. United Kingdom: Wiley, 1st ed., 2012.
- [19] M. Holz, S. R. Heil, and A. Sacco, „Temperature-dependent self-diffusion coefficients of water and six selected molecular liquids for calibration in accurate 1h nmr pfg measurements,” *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 2, pp. 4740–4742, 2000.
- [20] H. Schwalbe, S. B. Grimshaw, A. Spencer, M. Buck, J. Boyd, C. M. Dobson, C. Redfield, and L. J. Smith, „A refined solution structure of hen lysozyme determined using residual dipolar coupling data,” *Protein Science*, vol. 10, no. 4, pp. 677–688, 2001.
- [21] P. G. Shewmon, *Diffusion in solids*. USA: McGraw-Hill Book Company, 1st ed., 1963.
- [22] K. Tompa, M. Bokor, T. Verebelyi, and P. Tompa, „Water rotation barriers on protein molecular surfaces,” *Chemical Physics*, vol. 448, no. 0, pp. 15 – 25, 2015.