ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202930
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[3]
H 03 B 23/00

(22) Přihlášeno 13 03 79
(21) (PV 1638-79)

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 11 82

(75)
Autor vynálezu HROMKOVÁ LUDMILA ing. a
ZEMAN VLADIMÍR ing., BRNO

(54) Zapojení systému korelační spektrometrie nukleární magnetické rezonance

1

Vynález se týká zapojení systému korelační spektrometrie nukleární magnetické rezonance s rychlým diskretním číslicovým rozkmitáním kmitočtu syntezátoru spektrometru nukleární magnetické rezonance.

V posledních letech se ve spektrometrii nukleární magnetické rezonance vysokého rozlišení rozvinula vedle pulzní metody s Fourierovou transformací nová technika, nazvaná korelační spektrometrií. Tato technika využívá metody rychlého průchodu rezonancí a pomocí matematického aparátu, jehož podstatou je vzájemná korelace měřeného spektra s jednoduchou rezonanční čárou, zapsaných za podmínek rychlého průchodu, eliminuje zkreslení spektra, ke kterému dochází vlivem rozšíření a posuvu čar a vlivem záznějů.

Korelační spektroskopie nukleární magnetické rezonance se za určitých podmínek stává ekvivalentní co do rychlosti a citlivosti s pulzní metodou nukleární magnetické rezonance s Fourierovou transformací a má ve srovnání s touto metodou dokonce i některé výhody. Jedna z výhod je snadná adaptace stávajícího spektrometru se spojitým rozmítáním pro techniku rychlého průchodu. V rámci úprav je nutno realizovat rychlé rozmítání kmitočtu spektrometru řádu 100 Hz/s, kterým nebývá běžný spektrometr vybaven. Většina úprav, známých z literatury, řeší tento problém nízkofrekvenčním oscilátorem, jehož kmitočet je řízen napětím pilového průběhu. Oscilátor je zapojen do funkce generátoru modulačního kmitočtu spektrometru.

2

Toto řešení je v podstatě jednoduché, má však některé nevýhody. Velmi obtížně se zajišťuje potřebná linearita a přesnost rozmítání, která se pro korelační spektrometrii požaduje řádu 0,01 %. Rozsah a rychlost rozmítání se nastavuje většinou zkusmo tak, že se při určité úrovni řídicího napětí změří mezní frekvence zdvihu, ve statickém stavu, a z doby trvání průchodu se vyčíslí rychlost rozmítání. Tento postup je poměrně zdlouhavý a je zatížen chybou měření kmitočtu. Navíc se projeví nestability součástí oscilátoru a obvodů řídicího napětí.

Tyto dosavadní nevýhody odstraňuje zapojení systému korelační spektrometrie nukleární magnetické rezonance s rychlým číslicovým rozmítáním kmitočtu syntezátoru spektrometru nukleární magnetické rezonance, jehož podstatou je, že sestává z počítače spojeného se zapisovačem, dále pak s vratným čítačem s aritmetickou jednotkou, s časovací jednotkou, zatímco vratný čítač s aritmetickou jednotkou je vstupem spojen s obvodem pro nastavení řízení kmitočtu

a výstupem přes dekodér, kmitočtový syntezátor, spektrometr nukleární magnetické rezonance, filtr a analogově číslicový převodník s počítačem, přičemž analogově číslicový převodník je ještě spojen s časovací jednotkou.

Hlavní předností tohoto systému je rychlost a přesnost nastavení parametrů a možnost automatizace měřicího procesu. Tvorba rychlého sledu číselných kódů pro řízení syntezátoru je zajištěna časovací jednotkou, u níž lze přesně definovanou rychlostí taktovacích impulzů zajistit přesně rychlost rozmítání. Změnou rychlosti taktovacích impulzů, změnou jejich počtu a změnou kmitočtového kroku, připadajícího na jeden takt, lze přesně volit libovolný kmitočtový zdvih a rychlost rozmítání kmitočtu. Protože lze všechny zmíněné parametry zadat exaktně ve formě číselného kódu, lze nastavení parametrů rozmítání realizovat prostřednictvím počítače.

Vynález blíže objasní přiložený výkres, na kterém je uveden příklad zapojení. Hlavním obvodem tohoto zapojení je počítač **1**, který je spojen jednak se zapisovačem **20**, časovací jednotkou **3** a s vratným čítačem **6** s aritmetickou jednotkou. Pro snadnější objasnění funkčního principu jsou výstupy z počítače **1** naznačeny vícenásobně. K časovací jednotce **3** třemi kanály **2, 5, 18**, z časovací jednotky **3** dvěma výstupními kanály **4, 19**, dále pak dvěma kanály **11, 12** k vratnému čítači **6** s aritmetickou jednotkou. Vratný čítač **6** s aritmetickou jednotkou je ještě spojen s obvodem **10** pro nastavení řízení kmitočtu a přes sériový řetězec, sestávající z dekodéru **7**, kmitočtového syntezátoru **9**, spektrometru nukleární magnetické rezonance **14**, filtru **16** a analogově číslicového převodníku **17** opět s počítačem **1**. Časovací jednotka **3** je vazebně spojena s analogově číslicovým převodníkem **17**.

Zapojení systému korelační spektroskopie nukleární magnetické rezonance pracuje za provozu následovně. Měřicí proces řídí počítač **1**, který signálem přes výstupní kanál **2** spustí časovací jednotku **3**. Na jejím výstupním kanále **4** se objeví impulzy, jejichž rychlost byla předem nastavena počítačem prostřednictvím povelového kanálu **5**. Impulzy časovací jednotky **3** řídí vratný čítač **6** s aritmetickou jednotkou, který ve spojení s dekodérem **7** vytváří sled číselných kódů procházejících kanálem **8** pro přímé řízení kmitočtového syntezátoru **9**. Obvod **10** pro nastavení řízení kmitočtu určuje počáteční kmitočet kmitočtového syntezátoru **9**. Velikostí změny číselného kódu mezi jednotlivými takty je dán kmitočtový krok. Jeho hodnota je zadána počítačem **1** přes povelový kanál **11**.

Vzhledem k tomu, že charakter impulzového signálu procházejícího výstupním kanálem **4** umožňuje ve vratném čítači **6** s aritmetickou jednotkou rozlišit vstupní informaci na signály kroků a směru, lze vhodným povelem z počítače **1** určit povelovým kanálem **12** smysl rozmítání. Tato vlastnost přispěje k využití výhod korelační spektrometrie zejména v případech, kdy měřené spektrum leží v blízkosti silného signálu rozpouštědla.

Rychlý kmitočtový syntezátor **9** převádí sled číselných kódů na kmitočet přesně lineárně rostoucí nebo klesající s časem. Výstupní signál z kmitočtového syntezátoru **9** je veden kanálem **13** do spektrometru nukleární magnetické rezonance **14**, kde se známým způsobem zesílí a vede do sondy. Po průchodu jadernou rezonancí se objeví na výstupním kanále **15** spektrometru **14** signál, který je přes nízkofrekvenční filtr **16** veden do analogově číslicového převodníku **17**. Rychlost vzorkování je řízena časovací jednotkou **3**, kde byla předem nastavena příslušným povelem přes výstupní kanál **18** z počítače **1**. Potřebnou vzorkovací rychlost vyhodnotí počítač **1** na základě zadané rychlosti rozmítání a šířky rezonanční čáry ve spektru.

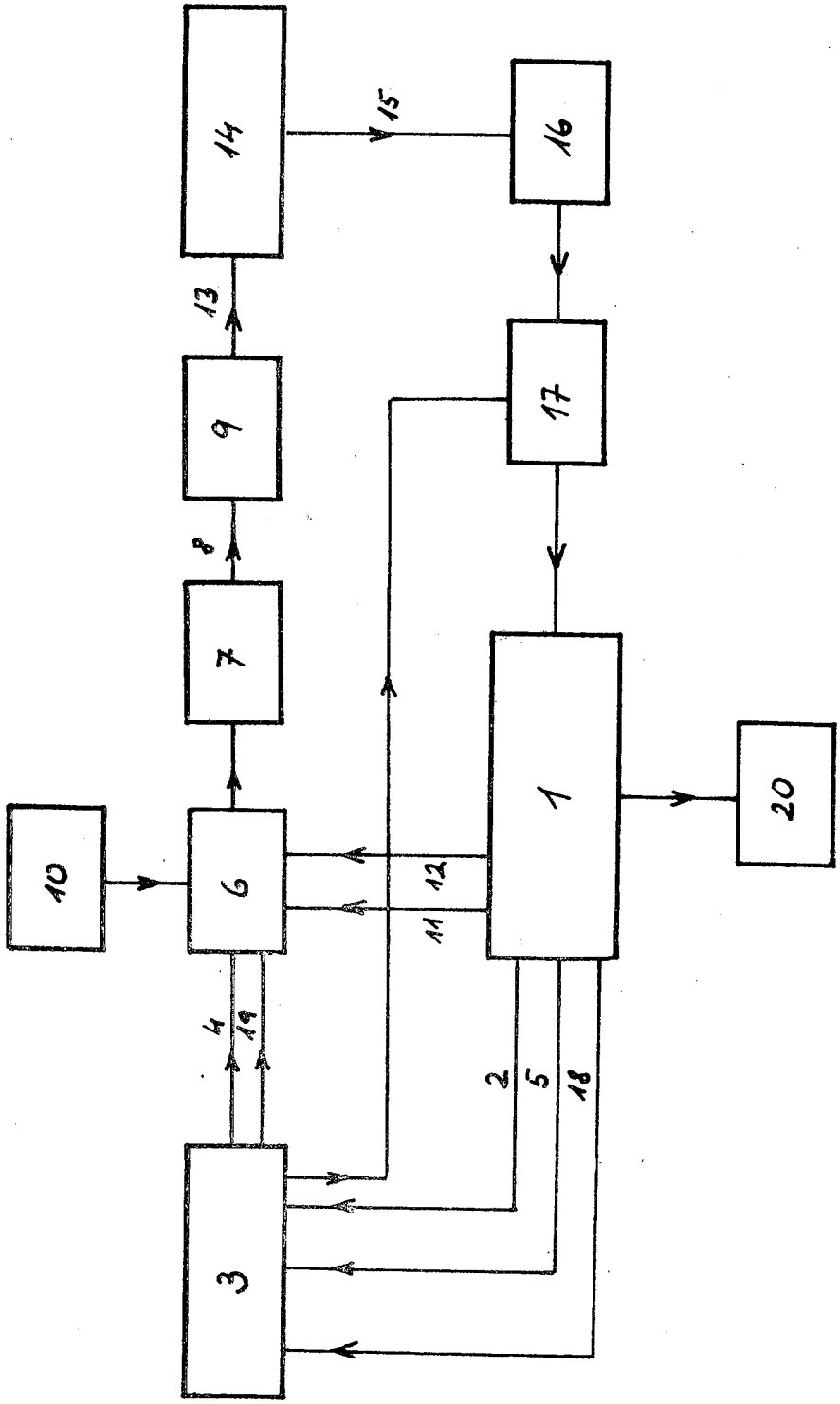
Po naplnění paměti počítače **1** určené pro ukládání dat, zastaví počítač **1** časovací jednotku **3** signálem přes výstupní kanál **2** a dílčí měřicí proces se ukončí. Pomocí nulovacího signálu přes výstupní kanál **19** z časovací jednotky **3** se nastaví ve vratném čítači **6** s aritmetickou jednotkou výchozí stav a systém je připraven k dalšímu měření. Po naplnění zadaného počtu akumulací zpracuje počítač **1** akumulovaný signál ve spektrum pomalého průchodu a pomocí zapisovače **20** jej graficky zobrazí na záznamový papír.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zapojení systému korelační spektroskopie nukleární magnetické rezonance s rychlým číslicovým rozmítáním kmitočtu syntezátoru spektrometru nukleární magnetické rezonance, vyznačené tím, že sestává z počítače (1) spojeného se zapisovačem (20), dále pak s vratným čítačem (6) s aritmetickou jednotkou, s časovací jednotkou (3), zatímco vratný čítač (6) s aritmetickou jednotkou je vstupem spojen s obvodem (10) pro nastavení řízení kmitočtu a výstupem přes dekodér (7), kmitočtový syntezátor (9), spektrometr nukleární magnetické rezonance (14), filtr (16) a analogově číslicový převodník (17) s počítačem (1), přičemž analogově číslicový převodník (17) je ještě spojen s časovací jednotkou (3).

1 list výkresů

Severografia, n. p., závod 7, Most


14
15
16
13
9
17
8
7
1
20
10
6
12
11
4
19
2
5
18
3