

19



Octrooiraad
Nederland

11 194950

12 C OCTROOI

21 Aanvraag om octrooi: 9401576

22 Ingediend: 27.09.1994

51 Int.Cl.⁷
G01R33/36, G01R33/46

30 Voorrang:
27.09.1993 GB 0009319921

43 Ter inzage gelegd:
02.11.1998 I.E. 1998/11

44 Openbaargemaakt:
01.04.2003 I.E. 2003/04

47 Dagtekening:
04.08.2003

45 Uitgegeven:
01.10.2003 I.E. 2003/10

73 Octrooihouder(s):
British Technology Group Limited te London,
Groot-Brittannië (GB).

74 Gemachtigde:
Ir. A. van Westenbrugge c.s. te 2517 KZ Den
Haag.

54 Werkwijze en inrichting voor het testen van een monster.

Werkwijze en inrichting voor het testen van een monster

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het detecteren van de aanwezigheid in een gegeven monster van een bepaalde stof die quadrupolaire kernen omvat, omvattende het exciteren van quadrupolaire kernresonantie in de stof en het detecteren van de responsiesignalen uit de stof onder gebruik van een sonde.

Een dergelijke werkwijze is bekend uit de Britse octrooiaanvraag GB-A-2.254.923. Deze publicatie beschrijft een werkwijze voor het door middel van quadrupolaire kernspinresonantie testen op aanwezigheid van een specifieke substantie, bijvoorbeeld explosieven of drugs, in een groter geheel. De beschreven werkwijze gebruikt een array van spoelen die in verschillende opstellingen gerangschikt zijn om te waarborgen dat alle delen van het grotere geheel voldoende getest worden. De spoelen worden achtereenvolgens bekrachtigd binnen een cyclische reeks om een meer efficiënt gebruik van de testtijd te kunnen maken. De belasting van de spoelen wordt bewaakt om de aanwezigheid van geleidend of ferro-magnetisch materiaal te detecteren.

Het NQR testen wordt gebruikt voor de detectie van de aanwezigheid of plaatsing van specifieke stoffen of substanties. Het is afhankelijk van de energieniveaus van quadrupolaire kernen, die een spinquantumgetal I groter dan $\frac{1}{2}$ hebben, waarvan ^{14}N een voorbeeld ($I = 1$) is. ^{14}N kernen zijn aanwezig in een breed bereik van stoffen, waaronder dierlijk weefsel, beenderen, voedselwaar, explosieven en drugs. Een bijzonder gebruik van de techniek van de onderhavige uitvinding is gelegen in de detectie van de aanwezigheid van stoffen zoals explosieven of drugs. De detectie kan betrekking hebben op bagage bij vliegvelden, of op explosieven of drugs die verborgen zijn op personen of ondergronds begraven.

In de moleculaire omgeving van verbindingen in kristallen produceren de aard en plaatsing van de elektronen en andere atoomkernen dicht bij de belangwekkende kern een elektrische veldgradiënt bij de laatste welke in wisselwerking is met zijn elektrisch quadrupoolmoment en hierdoor een stel energieniveaus opwekt, waarbij de overgangsfrequenties tussen deze kenmerkend zijn voor een gegeven stof. De aanwezigheid van deze frequentie of frequenties geeft niet alleen aan welke kernen aanwezig zijn maar geeft eveneens hun chemische omgeving aan waardoor specifieke stoffen of typen van stoffen in een willekeurig testmonster worden aangeduid.

Nadeel van deze bekende werkwijze is dat deze in niet alle gevallen voldoende gevoelig en nauwkeurig is.

Het is daarom een doelstelling van de onderhavige uitvinding om een detectiewerkwijze en -inrichting gebaseerd op quadrupolaire kernspinresonantie te verschaffen, die een verbeterde gevoeligheid en nauwkeurigheid heeft, met name voor het detecteren van een monster dat bijvoorbeeld elektrisch geleidend, elektronisch of ionisch geleidend, metalen, piëzo-elektrische materiaal omvat, of dat een vernikkeld object omvat.

Deze doelstelling wordt bereikt door een werkwijze van de bij aanhef gedefinieerde soort, waarbij de sonde in afhankelijkheid van een excitatieresponsiekenmerk van het monster ingesteld wordt.

Het is overeenkomstig de uitvinding gebleken dat het instellen van de sonde in afhankelijkheid van het kenmerk van het monster het voordeel kan hebben van een reductie van interferentie van vele typen van stoffen (anders dan de belangwekkende stof) die gewoonlijk in een kenmerkend monster zoals vliegveldbagage wordt gevonden. Dientengevolge kan de uitvinding meer nauwkeurige en gevoelige testen verschaffen dan wanneer een dergelijke instelling niet plaatsvindt, en kan de uitvinding eveneens de valse-alarmsnelheid reduceren.

Met de onderhavige uitvinding is er in het geheel geen noodzaak om de sonde in te stellen in afhankelijkheid van het kenmerk van de bepaalde stof. Van de vulfactor van de stof kan worden aangenomen dat deze zo klein is (een fractie van één percent, bijvoorbeeld overeenkomend met enkele tientallen of honderden grammen explosieven in een platte koffer) dat instelling van de sonde in afhankelijkheid van het kenmerk van de stof eenvoudig niet nodig is.

Bij voorkeur wordt de sonde ingesteld (of is instelbaar) terwijl hij in bedrijf is.

Deze eigenschap is in het bijzonder voordelig wanneer bagage op de aanwezigheid van explosieven of drugs, bijvoorbeeld op een transportbaan op een vliegveld, wordt gecontroleerd. De aard van de interferentie uit elke afzonderlijke eenheid van bagage kan verschillend zijn en dientengevolge kan de gevoeligheid van de testen verbeterd worden door de sonde individueel voor elke eenheid van bagage in te stellen.

De principes die aan dit aspect van de uitvinding ten grondslag liggen, zijn als volgt. In het geval van NQR testen heeft men bepaald overeenkomstig de uitvinding dat er twee groepen van materialen zijn die interferentieproblemen veroorzaken waarvoor instelling van de hoogfrequente sonde, die gebruikelijk bij NQR testen wordt toegepast, vereist kan zijn.

De eerste groep omvat metallische geleiders, die elektronisch geleiden zoals messing, koper, en aluminium. Deze materialen kunnen gewoonlijk in vele typen van objecten in bagage, bijvoorbeeld in elektronische schakelsystemen, gevonden worden. Voor deze groep worden de interferentie-effecten grotendeels veroorzaakt door eddy-stromen die door de hoogfrequente NQR excitatie worden geïnduceerd.

- 5 Deze effecten kunnen in het bijzonder acuut zijn in het geval van metallische lussen, zoals leidingen of verbindingen op gedrukte-schakelingsborden of op metaalblad. Zij veroorzaken een elektrische belasting en daardoor een verandering van de inductantie van de monsterspoel die deel uitmaakt van de hoogfrequente sonde, en dientengevolge een verandering van de resonantiefrequentie van de sonde (omdat de sonde beschouwd kan worden een resonantieketen te bevatten waarvan de inductantie van de spoel één deel
- 10 vormt). Wanneer de kwaliteitsfactor Q van de spoel binnen het gebruikelijke gebied (20 tot 60 bijvoorbeeld) ligt, zodat de sonde een relatief smalle bandbreedte heeft, kan de resonantiefrequentie van de sonde dan zo ver worden verschoven dat de gevoeligheid voor NQR detectie aanzienlijk wordt gereduceerd. Een verandering verder in de inductantie van de monsterspoel kan eveneens op nadelige wijze de overeenkomst of aanpassing tussen de sonde en de hoogfrequente zender beïnvloeden. De Q factor zelf kan eveneens op
- 15 nadelige wijze worden beïnvloed door een verandering in de inductantie van de monsterspoel zodat de gevoeligheid van detectie nadelig wordt beïnvloed. Het zal duidelijk zijn dat $Q = \omega L/R$ (waarin ω de (hoek) resonantiefrequentie van de sonde is, L de inductantie van de spoel is, en R de serieweerstand van de sonde is), en dat de signaalruisverhouding (en dientengevolge gevoeligheid van detectie) varieert als de vierkantswortel van Q .

- 20 Als een speciaal geval zijn magneten en magnetische materialen in de eerste groep vervat. Deze magneten, wanneer zij van elektronische geleiders zijn gemaakt zoals gewoonlijk het geval zal zijn, zullen interferentie-effecten veroorzaken soortgelijk aan die beschreven in de voorafgaande passage. Zij kunnen echter eveneens een verschuiving veroorzaken in en mogelijk zelfs een opsplitsing van de bepaalde belangwekkende resonantielijnen. Ofschoon voor de sonde een nieuwe afstemming nodig kan zijn om
- 25 rekening te houden met deze extra effecten, wordt gemeend dat dit normaal niet nodig zal zijn.

- De tweede groep van materialen omvat niet-metallische materialen die ionisch geleiden zoals nat zand of aarde en elektrolyt in batterijen. Evenals de eerste groep van materialen heeft deze tweede groep eveneens het effect van verandering van de resonantiefrequentie en kwaliteitsfactor van de sonde, maar deze keer als gevolg van het mechanisme van diëlektrisch verlies hetgeen een verandering in de weerstand
- 30 van de sonde veroorzaakt en eveneens een verandering in de inductantie daarvan veroorzaakt.

- Door deze eerste groep van uitvoeringsvormen van de werkwijze volgens de uitvinding in praktijk te brengen, realiseert de uitvinding op geschikte wijze dat de aanwezigheid (en kenmerk) van deze interfererende materialen wordt gedetecteerd en vervolgens wordt beïnvloed door geschikte instellingen van de sonde teweeg te brengen.
- 35 Overeenkomstig een tweede groep uitvoeringsvormen volgens de onderhavige uitvinding wordt een werkwijze verschaft waarbij voor het testen van een monster dat aanleiding geeft tot interfererende signalen, het responsiesignaal uit het monster zodanig wordt verwerkt, dat ten minste voor een deel uit het monster voortkomende en niet door kernresonantie veroorzaakte interfererende signalen worden uitgefilterd.

- Het zal duidelijk zijn dat binnen de context van de detectie van de aanwezigheid van een bepaalde stof
- 40 in een monster het gewoonlijk niet de te detecteren stof zal zijn maar het resterende deel van het monster dat aanleiding zal geven tot interfererende signalen.

- Door interfererende signalen weg te filteren eerder met behulp van de detectie en verwerkingsmiddelen dan door middel van een Faraday kooi die het monster fysiek omringt, kan de uitvinding aanzienlijk eenvoudiger in praktijk worden gebracht in het bijzonder in het geval van bagage die op een transportband
- 45 wordt getest.

- Het is mogelijk om, en in bepaalde gevallen van sterke elektrische interferentie, kan het nodig zijn om, zowel een Faraday kooi als signaaldetectie en verwerkingstechnieken te gebruiken.

- De uitvinding wordt bij voorkeur uitgevoerd in afwezigheid van een toegevoerd magnetisch veld.
- Een verder inzicht overeenkomstig de onderhavige uitvinding is dat er materialen zijn zoals ferromagnetische materialen, bepaalde staalmaterialen of nikkelgeplateerde objecten (bijvoorbeeld schroeven of sleutelringen) die een sterk vreemd signaal direct volgend op de hoogfrequente puls produceren dat frequentie en fasecoherent is met de puls en dat daarom niet door herhaalde accumulaties (ongelijk aan de meeste andere interferenties waarmee dat wel kan) kan worden gereduceerd. De precieze reden van dit type interferentie is niet aangetoond maar gemeend wordt dat deze voortkomt uit ferromagnetische of
- 50 soortgelijke resonantie-effecten in het B_1 -veld van de monsterspoel. Het behoort benadrukt te worden dat deze interferentie geen artefact is van de bepaalde gebruikte detectieinrichting maar een kenmerk van het materiaal zelf.
- 55

Piëzo-elektrische materialen kunnen eveneens frequentie- en fasecoherente mechanische resonanties produceren die in het frequentiegebied van de NQR responsie liggen. Zand kan bijvoorbeeld een interferentie met een HF frequentie van 5 MHz teweegbrengen.

- 5 Het kan nodig zijn om deze interferentie te compenseren door de sonde, zoals boven toegelicht, in te stellen tenzij de interferentie uit piëzo-elektrische materialen voortkomt die niet-geleiders zijn. Omdat de effecten van de interferentie verder niet kunnen worden gereduceerd door herhaalde accumulaties is er een vereiste om geschikte technieken voor reductie van deze effecten te verschaffen. De onderhavige uitvinding verschaft deze technieken in twee verdere uitvoeringsvormen.

- 10 Overeenkomstig een eerste dergelijk uitvoeringsvorm wordt een vertraging van een vooraf bepaalde duur verschaft tussen het einde van de excitatie en het begin van de detectie.

- Dit komt voort uit het inzicht overeenkomstig de uitvinding dat de vreemde signalen die de interferentie vormen snel vervallen of afnemen na de hoogfrequente puls, gewoonlijk binnen bijvoorbeeld 350, 500, 750 of 1000 μ s na het einde van de hoogfrequente pulsen. Derhalve kunnen op voorwaarde dat de vervaltijd van deze signalen significant kleiner is dan de vrije-inductie vervaltijd (T_2^*) of echovervaltijden (T_2 , T_{2e}) van 15 de NQR responsie, nuttige responsiedata worden afgeleid door de detectie van het responsiesignaal gedurende een vooraf bepaalde duur te vertragen totdat het totale of de hoofdzaak van het vreemde signaal is vervallen. Een vertraging van 500, 600 of 700 μ s is empirisch gebleken in de meeste omstandigheden bevredigend te zijn. Een toereikend verval voor het responsiesignaal zou onder de 20, 10 of 5% van zijn initiële piekwaarde kunnen liggen.

- 20 Op basis van een vertraging van 500, 600 of 700 μ s zal dit aspect van de uitvinding in het bijzonder geschikt zijn voor materialen die een T_2^* , T_2 of T_{2e} groter dan bijvoorbeeld 1 ms hebben, zodat het vreemde signaal amper tijd heeft om te vervallen voordat er een ernstig verlies in het NQR responsiesignaal optreedt. Een dergelijk materiaal is het explosieve RDX, dat een frequentie met een T_2^* van 1,4 ms bij kamertemperatuur heeft.

- 25 Het zal derhalve duidelijk zijn dat er in de praktijk zowel onder als bovengrenzen zijn aan de duur van de vertraging. De ondergrens wordt gedictieerd door de eis dat de vreemde interfererende signalen voldoende tijd hebben om tot verwaarloosbare of vrijwel verwaarloosbare niveaus te vervallen. De bovengrens wordt gedictieerd door de eis dat het NQR responsiesignaal niet zoveel is vervallen dat er geen bruikbare responsiedata kunnen worden gedetecteerd.

- 30 De vertraging tussen het einde van de excitatie en het begin van de detectie zou als aanvullend aan de dode tijd van de ontvanger kunnen worden genomen, welke dode tijd gewoonlijk ongeveer 100 tot 150 μ s bedraagt voor de stoffen van meest uitgebreid belang, maar kan onder bepaalde omstandigheden zo groot als 500 μ s zijn.

- Bij een voorkeursuitvoering is de excitatie zodanig dat deze een vrije-inductie vervalresponsiesignaal 35 veroorzaakt en dat de vertraging gedurende dit responsiesignaal optreedt. Bij een andere voorkeursuitvoering is de excitatie zodanig dat deze een echoesresponsiesignaal veroorzaakt en dat de vertraging tussen het einde van de excitatie (normaal de refocusseringspuls) en het echoesresponsiesignaal optreedt.

- Volgens een tweede dergelijke uitvoeringsvorm wordt een werkwijze verschaft waarin kernresonantie wordt geëxciteerd onder gebruik van ten minste twee verschillende typen van excitatie, zodanig dat de 40 kernresonantie kan worden onderscheiden van niet door kernresonantie veroorzaakte uit het monster voortkomende interfererende signalen, uit een vergelijking tussen de responsiesignalen van de verschillende typen van excitatie, en het vergelijken van de gedetecteerde responsiesignalen van de verschillende typen van excitatie.

- Dit komt voort uit het inzicht overeenkomstig de uitvinding in bepaalde wijzen waarin de vreemde 45 interfererende signalen kunnen worden onderscheiden van de echte kernresonantie.

- Bij een voorkeursuitvoering kan dit onderscheid worden gemaakt door te zorgen dat de verschillende typen van excitatie zodanig zijn dat deze, voor het respectievelijke responsiesignaal uit elk verschillend type van excitatie, een kernresponsiesignaal en een interfererend signaal van een verschillende relatieve fase. Wanneer bijvoorbeeld de relatieve fase 180°(anti-fase) is, kunnen de verschillende typen van excitatie 50 zodanig zijn dat kernresponsiesignalen van verschillende relatieve fase worden geproduceerd.

- Bij een andere voorkeursuitvoering kan dit onderscheid worden gemaakt door te zorgen dat de verschillende typen van excitatie zodanig zijn dat deze, voor het respectievelijke responsiesignaal uit elk verschillend type van excitatie, een kernresponsiesignaal en een interfererend signaal van een verschillende relatieve amplitude produceren. Bij voorkeur verschilt de amplitude van het kernresponsiesignaal overeen- 55 komstig het type van de excitatie, terwijl de amplitude van het interfererende signaal hetzelfde blijft. De verschillende typen van excitatie kunnen bijvoorbeeld zodanig zijn dat zij de kernresponsie in verschillende mate verzadigen.

De uitvinding in zijn verscheidene aspecten strekt zich uit tot inrichtingen equivalent aan de bovenvermelde werkwijzen. Kenmerken van deze inrichtingen analoog aan de verscheidene kenmerken van de werkwijzen kunnen binnen het kader van de uitvinding worden verschaft. De verscheidene aspecten en kenmerken van de uitvinding kunnen verder op elke geschikte manier worden gecombineerd.

5

De uitvinding zal aan de hand van voorkeurskenmerken nu bij wijze van voorbeeld slechts worden beschreven met verwijzing naar de bijbehorende tekening, waarin:

figuur 1 een blokschema is van een inrichting voor NQR testen overeenkomstig de uitvinding;

figuur 2 een tijddomeinplot is van een vrije-inductieverval (f.i.d.) verkregen uit een monster dat het

10 explosieve RDX en nikkel geplateerde staalsluitringen bevat;

figuur 3 een frequentiedomeinplot is overeenkomstig het tijddomeinplot van figuur 2;

figuur 4 een gecorrigeerde versie van het in figuur 2 aangegeven plot is;

figuur 5 een frequentiedomeinplot is overeenkomstig het in figuur 4 aangegeven tijddomeinplot;

figuur 6 een plot is soortgelijk aan dat van figuur 3 maar verkregen met een verschillende test;

15 figuur 7 een gecorrigeerde versie is van het in figuur 6 aangegeven plot;

figuur 8 een plot soortgelijk aan dat van figuur 2 is maar verkregen bij een verdere verschillende test;

figuur 9 een overeenkomstig frequentiedomeinplot is, en

figuur 10 een gecorrigeerde versie is van het in figuur 9 aangegeven plot.

20 Met verwijzing eerst naar figuur 1 wordt toegelicht dat een inrichting voor NQR testen een hoogfrequentbron 11 bevat die via een fase-/amplitudebesturing 10 en een poort 12 is verbonden met een hoogfrequente vermogensversterker 13. De uitgang van deze laatste is verbonden met een hoogfrequente sonde 14 die één of meer hoogfrequentspoelen bevat welke rond het (niet aangegeven) te testen monster zijn geplaatst zodanig dat het monster met hoogfrequentpulsen met de juiste frequentie of frequenties kan worden

25 bestraald om in de stof, die getest wordt (bijvoorbeeld een explosief), een kernquadrupoolresonantie te exciteren. De hoogfrequente sonde 14 is eveneens verbonden met een hoogfrequent ontvanger en detectieschakeling 15 om kernquadrupoolresponsiesignalen te detecteren.

Het gedetecteerde signaal wordt vanaf de schakeling 15 toegevoerd aan een computer 16 om, ten behoeve van signaaloptelling of aftrekking, te worden verwerkt en vervolgens aan een audio- of visuele

30 alarmering 17 die de operateur waarschuwt op de aanwezigheid van de stof die getest wordt.

De computer 16 bestuurt eveneens alle pulsen, hun radiofrequentie, tijd, breedte, amplitude en fase. De computer controleert eveneens de afstemming van de hoogfrequente sonde 14 door middel van een opneemspoel 18 en een hoogfrequente monitor 19, en maakt instellingen of bijstellingen door middel van de afstembesturing 20. De aanpassing aan de hoogfrequente vermogensversterker 13 wordt bewaakt door

35 middel van een directioneel koppelorgaan 21 (of directionele Watt-meter) waarop de computer reageert via een aanpassingsschakeling 22 die op zijn beurt de hoogfrequente sonde 14 instelt door middel van een variabele capacitantie of inductantie. Het directionele koppelorgaan 21 wordt, wanneer hij niet vereist is, uitgeschakeld door de computer 16 via de schakelaar 23. De kwaliteitsfactor Q van de hoogfrequente spoel wordt bewaakt door een frequentie-schakelaarprogramma en wordt ingesteld door middel van een

40 Q-schakelaar 24 die of de spoel Q verandert of alternatief de computer waarschuwt om het aantal metingen te verhogen.

De computer 16 kan op verscheidene manieren zijn geprogrammeerd om de bovenbeschreven en door materialen, zoals ferromagnetische materialen, bepaalde staalsoorten en nikkelgeplateerde objecten, veroorzaakte, vreemde interferentie te reduceren of te elimineren.

45 In figuur 1 zijn sommige middelen niet aangegeven, zoals een transportband, voor het transporteren van een opeenvolging van monsters aan een gebied nabij de hoogfrequente sonde 14. De computer 16 is ingericht om de toevoer van de excitatiepulsen in hoofdzaak gelijktijdig met de aankomst van een bepaald monster nabij de sonde in de tijd te sturen.

50 Bij een eerste uitvoeringsvorm van de uitvinding kunnen vreemde responsiesignalen worden gereduceerd of geëlimineerd door de computer te programmeren om de verwerving van data gedurende een toereikende tijd te vertragen na het einde van een hoogfrequente puls om de vreemde responsiesignalen in staat te stellen tot onbelangrijke mate te vervallen.

55 Bij een eerste variant van deze eerste uitvoeringsvorm wordt dit gerealiseerd door responsiesignalen in te vangen gedurende het vrije-inductieverval geëxciteerd door een hoogfrequente puls, na een vertraging van een vooraf bepaalde duur volgend op die puls. Deze techniek is mogelijk wanneer dergelijke signalen een vervaltijd hebben die significant minder is dan de vrije-inductievervaltijd van de NQR responsie.

Als een voorbeeld is in figuur 2 het vrije-inductieverval aangegeven van een monster bestaande uit 15 g

van het explosieve RDX en 75 g van nikkelgeplateerde staalsluitringen bij een hoogfrequente excitatie van 5192 kHz en een temperatuur van 296 K.

Figuur 3 toont het overeenkomstige absorptiespectrum, d.w.z. het fase-gecorrigeerde reële deel van de Fouriertransformatie van het vrije-inductieveral. Figuur 2 toont een sterk vreemd signaal op en nabij de
5 excitatiefrequentie dat tot een ondetecteerbaar niveau in ongeveer 500 μ s verval (elke deelwaarde op de horizontale as representeert 500 μ s). De oscillaties echter uit het RDX monster, waarvoor $T_2^* = 1,4$ ms, houden gedurende ten minste 4 ms aan.

Figuur 3 toont een smalbandig RDX responsie (de hoogste piek) gesuperponeerd op de brede responsie van de sluitringen. In figuur 3 representeert het gehele bereik van de horizontale as 25 kHz.

10 Figuur 4 toont op dezelfde horizontale schaal als die van figuur 2 maar met een vergrote verticale schaal hetzelfde vrije-inductieveral maar verschoven naar links over 500 μ s.

Figuur 5 toont de overeenkomstige Fouriertransformatie die alleen de smalbandige RDX responsie openbaart, waarbij de vreemde responsie geëlimineerd is. In het bovengenoemde voorbeeld was in beide gecorrigeerde en niet-gecorrigeerde gevallen een initiële 140 μ s voorafgaande aan de signaalverwerking ten
15 behoeve van sondetrillingsafname of -veral voorzien.

De techniek van de eerste variant kan niet alleen op hoogfrequente pulsen van de optimale "90°" fliphoek worden toegepast maar eveneens op die van een verschillende of kleinere fliphoek, en op die die in amplitude en in fase zijn gemoduleerd ter verbetering van de prestatie van de NQR test. Als gevolg van het verlies van enig ^{14}N signaal gedurende de tijdvertraging wordt echter de signaal-ruisverhouding voor NQR
20 detectie gereduceerd (de ruis blijft ongewijzigd, het signaal is minder). Na 500 μ s was in het bovengenoemde voorbeeld de NQR geïntegreerde responsie gereduceerd met 26%, en na 1000 μ s gereduceerd met 46%.

Daarom zou een reductie in signaalsterkte van ongeveer 30% kunnen worden verwacht en om de NQR test op zijn oorspronkelijke gevoeligheid te herstellen zal een toename in de Q factor of aantal accumulaties
25 met een factor van twee nodig zijn, of mogelijkerwijs een combinatie van beide.

Bij andere uitgevoerde experimenten met nikkelgeplateerde staalsluitringen en nikkelgeplateerde messing moeren werd geobserveerd dat de duur van de vreemde interfererende signalen bij een niveau groter dan ruis 750 μ s tot 1000 μ s bedroeg, hetgeen aanduidt dat een vertraging van 500–600 μ s in aanvulling op de trillingsvervaltijd (bijvoorbeeld 600 tot 700 μ m in totaal) toereikend zal zijn onder vele omstandigheden om
30 deze vreemde signalen tot aanvaardbare niveaus te reduceren. Een aanvaardbaar niveau zou bijvoorbeeld tweemaal, mogelijkerwijs 1,5 of zelfs 1,2 maal het gemiddelde ruisniveau zijn.

Bij andere experimenten werden bij zuivere ijzerfolie, roestvrij staal of messing geen vreemde interfererende signalen gedetecteerd. Het is niet stellig bekend wat deze signalen in het geval van nikkel geplateerde objecten veroorzaakt.

35 Een tweede variant van deze uitvoeringsvorm is toepasbaar wanneer de echovervaltijden T_2 , T_{2e} lang zijn (bijvoorbeeld veel langer dan 1 μ s) terwijl T_2^* kort is. De variant is toepasbaar op RDX maar is wellicht meer bruikbaar voor stoffen zoals mogelijkerwijs TNT of PETN die een korte T_2^* hebben (bijvoorbeeld kleiner dan 1 ms).

Bij deze tweede variant worden twee of meer pulsen van geselecteerde breedte en fase gebruikt om één
40 of meer echo's op te wekken, bijvoorbeeld met de reeks $90^\circ - \tau - 180^\circ - \tau - \text{echo}$. τ wordt korter gemaakt dan T_2 , maar, omdat $T_2 \gg T_2^*$, zullen er geen signalen uit de interfererende materialen gewoonlijk worden gedetecteerd gedurende de verwerving van de echo.

Een voordeel van deze tweede variant ten opzichte van de eerste variant is dat hij toepasbaar is met PETN en TNT, terwijl de eerste variant niet toepasbaar hoeft te zijn. De tweede variant heeft echter het
45 nadeel ten opzichte van deze eerste variant dat hoogfrequente pulsen van voldoende vermogen nodig zijn om 90° effectief (119° feitelijk) en 180° effectief (259° feitelijk) fliphoeken op te wekken.

Bij een tweede uitvoeringsvorm van de uitvinding worden technieken toegepast om tussen vreemde interfererende responsiesignalen en de echte NQR responsiesignalen te onderscheiden.

Een eerste variant van de tweede uitvoeringsvorm is in het bijzonder geschikt wanneer de vrije-inductieveral T_2^* vergelijkbaar is met of korter is dan de verval tijd van het vreemde signaal. Dit kan het
50 geval zijn bij RDX wanneer het interfererende materiaal een piezo-elektrisch materiaal is (dat een sterke responsie heeft). Bij deze variant wordt het vreemde signaal geëlimineerd door de test te herhalen na wijziging van de fase van de NQR responsie over 180° en door vervolgens de twee signalen af te trekken. De fasewijziging van 180° kan bijvoorbeeld worden teweeggebracht door middel van een inleidende 180°
55 puls, die voorafgaand aan de meetpuls is ingevoegd zodat er twee met A en B aangeduide typen van pulsreeksen worden opgewekt die aanleiding geven tot NQR responsies van tegengesteld teken (d.w.z., in anti-fase).

De pulsreeks A bevat een enkelvoudige meetpuls die een rechthoekige of amplitude- en/of fase-gemoduleerde puls is (van 90° , of kan een verschillende fliphoek worden gebruikt) waarop volgend het vrije-inductieerval wordt verzameld en opgeslagen. De pulsreeks B is dezelfde behalve dat hij vooraf wordt gegaan door een rechthoekige of amplitude- en/of fase-gemoduleerde 180° puls die het NQR signaal
5 inverteert. Het vrije-inductieerval volgend op de pulsreeks B wordt vervolgens afgetrokken van dat volgend op de pulsreeks A, waardoor in hoofdzaak de vreemde responsie wordt geëlimineerd terwijl het NQR signaal wordt gesommeerd.

Figuur 6 toont de modulus van de Fourier-getransformeerde responsie uit een monster bestaande uit 15 g van RDX en 60 g van nikkel-geplateerde staalsluitringen. Er is geen NQR signaal zichtbaar maar het
10 signaal wordt onmiddellijk hersteld wanneer de twee-pulsreeks wordt gebruikt zoals aangegeven in figuur 7. De figuren 6 en 7 tonen aan dat het vreemde interfererende signaal niet in fase is verschoven terwijl natuurlijk het NQR responsiesignaal dat wel is. Het frequentiegebied in deze twee figuren bedraagt 125 kHz.

De twee pulsreeksen A en B kunnen successievelijk worden opgewekt of een gelijk aantal A pulsen kan worden gevolgd door een gelijk aantal B pulsreeksen, en de gesommeerde responsies kunnen dan worden
15 afgetrokken. Het kan nodig zijn rekening te houden met enig verlies in signaal en een toename in ruis door verhoging van de Q factor van de hoogfrequente spoel of het aantal accumulaties.

Een tweede variant van de tweede uitvoeringsvorm is toepasbaar in het bijzonder wanneer de vrije-inductie vervaltijd T_2^* vergelijkbaar is met of korter is dan de vervaltijd van het vreemde signaal, maar waar voor de aard van het monster of de NQR test pulsbreedtes nodig zijn aanzienlijk kleiner dan 180° of zelfs
20 90° (zodat het niet mogelijk is het signaal te inverteren). De NQR inrichting wordt gesteld om hoogfrequente pulsen met lage fliphoek op te wekken, bijvoorbeeld van 30° , door middel van rechthoekige en amplitudeen/of fase-gemoduleerde pulsgolfvormen. De pulsreeks A wordt dan een enkelvoudige puls van deze soort waarop volgend de volledige vrije-inductieerval, vreemde plus NQR responsie, wordt verzameld. De pulsreeks B is dan een verzadigingstrein van bijvoorbeeld n van deze pulsen met scheiding τ gegeven
25 door $T_2^* < \tau \ll T_1$, waarin T_1 de spin-roosterrelaxatietijd van het NQR responsiesignaal is. Het vrije-inductieerval volgend op de laatste puls van deze n pulsen, bestaande uit de vreemde responsie alleen, wordt dan verzameld en afgetrokken van de eerste teneinde alleen het NQR signaal op te leveren. Experimenteel is gebleken dat n slechts 2, 3 of 4 behoeft te zijn.

Als een voorbeeld is in figuur 8 het resulterende vrije-inductieerval voor de stof RDX bij 5190 kHz in de
30 aanwezigheid van een interfererende stof (in dit geval zand) bij een temperatuur van 297 K aangegeven. In figuur 8 representeert elke deelwaarde op de horizontale as 200 μ s. De pulsreeks van het A type omvat een 30° gevormde puls. Het resulterende vrije-inductieerval na 400 accumulaties is aangegeven. De Fourier transformatie daarvan is in figuur 9 aangegeven, waarin het totale frequentiegebied 62,5 kHz bedraagt. De pulsreeks B is een sequentie van n = 3 van deze pulsen gescheiden door 4 ms ($\tau/T_1 = 0,2$). Na
35 400 accumulaties en aftrekking van het tweede signaal van het eerste, wordt de in figuur 10 aangegeven Fourier-getransformeerde responsie verkregen, waarin het vreemde signaal is weggenomen en de resterende lijn het NQR signaal is. Het frequentiegebied in deze figuur is gelijk aan 62,5 kHz.

Beide varianten van de tweede uitvoeringsvorm hebben het voordeel dat zij niet noodzakelijkerwijs een vertraging nodig hebben voorafgaande aan de signaalverwerving zodat er geen verlies aan signaal optreedt,
40 ofschoon de ruis is toegenomen. Er zijn echter bepaalde condities waarin het een voordeel zal zijn om twee of meer van de eerder vermelde varianten te combineren bijvoorbeeld wanneer de vreemde responsie zo groot is dat hij de versterker en/of detectietrappen verzadigd. Dat kan bijvoorbeeld gebeuren in de aanwezigheid van grote hoeveelheden van interfererende materialen, of bij piëzo-elektrische signalen uit materialen binnen of nabij de hoogfrequente sonde. Het is dan voordelig om een vertraging in te voeren
45 voorafgaande aan de verwerving teneinde het vreemde signaal tot onder verzadigingsniveau te reduceren en om het resterende deel door middel van één van de varianten van de tweede uitvoeringsvorm te verwijderen.

Het zal duidelijk zijn dat de uitvinding hierboven is beschreven zuiver bij wijze van voorbeeld en dat wijzigingen in detail binnen het kader van de uitvinding kunnen worden aangebracht.

50 Elk in de beschrijving en, wanneer toepasselijk, in de conclusies en tekening geopenbaard kenmerk kan onafhankelijk of in elke geschikte combinatie worden verschaft.

Conclusies

1. Werkwijze voor het detecteren van de aanwezigheid in een gegeven monster van een bepaalde stof die quadrupolaire kernen omvat, omvattende het exciteren van quadrupolaire kernresonantie in de stof en het
5 detecteren van de responsiesignalen uit de stof onder gebruik van een sonde, gekenmerkt doordat de sonde in afhankelijkheid van een excitatie-responsiekenmerk van het monster ingesteld wordt.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij het monster elektrisch geleidend materiaal bevat, en de sonde wordt ingesteld in afhankelijkheid van een excitatieresponsiekenmerk van het elektrisch geleidend materiaal.
3. Werkwijze volgens conclusie 2, waarbij het monster elektrisch of ionisch geleidend materiaal bevat, en
10 de sonde wordt ingesteld in afhankelijkheid van een excitatie-responsiekenmerk van het elektrisch of ionisch geleidend materiaal.
4. Werkwijze volgens conclusie 2 of 3, waarbij het monster metallisch materiaal bevat, en de sonde wordt ingesteld in afhankelijkheid van een excitatie-responsiekenmerk van het metallisch materiaal.
5. Werkwijze volgens een van de voorgaande conclusies, waarbij het monster een vernikkeld object bevat,
15 of piëzo-elektrisch materiaal, en de sonde wordt ingesteld in afhankelijkheid van een excitatie-responsiekenmerk van het vernikkeld object of het piëzo-elektrisch materiaal.
6. Werkwijze volgens een van de voorgaande conclusies, waarbij een elektrisch kenmerk van de sonde wordt ingesteld, in afhankelijkheid van het excitatieresponsiekenmerk van het monster.
7. Werkwijze volgens een van de voorgaande conclusies, waarbij de impedantie van de sonde wordt
20 ingesteld, in afhankelijkheid van het excitatie-responsiekenmerk van het monster.
8. Werkwijze volgens een der voorgaande conclusies, waarbij de afstemming van de sonde wordt ingesteld, in afhankelijkheid van het excitatie-responsiekenmerk van het monster.
9. Werkwijze volgens een willekeurige van de voorgaande conclusies, waarbij de Q factor van de sonde wordt ingesteld, in afhankelijkheid van het excitatieresponsiekenmerk van het monster.
- 25 10. Werkwijze volgens een willekeurige van de voorgaande conclusies, waarbij de sonde wordt ingesteld in afhankelijkheid van het excitatie-responsiekenmerk van het monster, terwijl de sonde in bedrijf is.
11. Werkwijze volgens een willekeurige van de voorgaande conclusies, waarbij interfererende signalen, niet veroorzaakt door kernresonantie, voortkomend uit het monster, worden gedetecteerd en de sonde wordt ingesteld in afhankelijkheid van de interfererende signalen.
- 30 12. Werkwijze volgens conclusie 11, waarbij de sonde alleen wordt ingesteld wanneer interfererende signalen worden gedetecteerd.
13. Werkwijze volgens een van de voorgaande conclusies, waarbij de werkwijze wordt uitgevoerd in afwezigheid van een aangelegd magnetisch veld.
14. Inrichting voor het in een gegeven monster detecteren van de aanwezigheid van een bepaalde stof die
35 quadrupolaire kernen omvat, omvattende middelen voor het exciteren van quadrupolaire kernresonantie in de stof en voor het detecteren van de responsiesignalen uit de stof, waarbij de middelen een sonde omvatten, met het kenmerk, dat deze verder omvat middelen voor het instellen van de sonde in afhankelijkheid van een excitatie-responsiekenmerk van het monster.
15. Inrichting volgens conclusie 14, waarbij de excitatie en detectiemiddelen omvatten middelen voor het
40 detecteren van interfererende signalen, niet veroorzaakt door quadrupolaire kernresonantie, voortkomend uit het monster, en de instelmiddelen zijn ingericht om de sonde in te stellen in afhankelijkheid van de interfererende signalen.
16. Inrichting volgens conclusie 14 of 15, voorzien van middelen voor het transporteren van het monster ten opzichte van de sonde, en waarbij de instelmiddelen zijn ingericht om de sonde in te stellen in hoofdzaak
45 gelijktijdig met de aankomst van het monster nabij de sonde.
17. Werkwijze volgens een van de conclusies 1 tot en met 13, voor het onder toepassing van kernresonantie testen van een monster dat aanleiding geeft tot interfererende signalen, niet veroorzaakt door kernresonantie, verder omvattende het verwerken van het responsiesignaal uit het monster op zodanige wijze dat ten minste voor een deel de uit het monster voortkomende interfererende signalen worden
50 uitgefilterd.
18. Werkwijze volgens conclusie 17, waarbij een vertraging van vooraf bepaalde duur wordt verschaft tussen het einde van de excitatie en het begin van de detectie.
19. Werkwijze volgens conclusie 18, waarbij de nucleaire resonantie onderscheiden kan worden van de interfererende signalen.
- 55 20. Werkwijze volgens conclusie 18 of 19, waarbij de vertraging toereikend is om in hoofdzaak interfererende signalen, niet veroorzaakt door kernresonantie, voortkomend uit het monster, uit te filteren.
21. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de vertraging net toereikend is om in hoofdzaak interfererende

signalen, niet veroorzaakt door kernresonantie, voortkomend uit het monster, uit te filteren.

22. Werkwijze volgens conclusie 18, 19, 20 of 21, waarbij de vertraging groter is dan 200 μ s.

23. Werkwijze volgens conclusie 18, 19, 20 of 21, waarbij de vertraging groter is dan 400, 500, 600 of zelfs 1000 μ s.

5 24. Werkwijze volgens conclusie 18, 19, 20 of 21, waarbij de vertraging in het gebied van 200 tot 1500 μ s is.

25. Werkwijze volgens conclusie 18, 19, 20 of 21, waarbij de vertraging in het gebied van 400 of 500 tot 1000 μ s ligt.

10 26. Werkwijze volgens conclusie 18, 19, 20 of 21, waarbij de vertraging in het gebied van 500 tot 600 of 700 μ s ligt.

27. Werkwijze volgens een willekeurige van de conclusies 18 tot en met 26, waarbij de excitatie zodanig is dat deze een vrije-inductieveral responsiesignaal teweegbrengt, en de vertraging gedurende dit responsiesignaal optreedt.

15 28. Werkwijze volgens een van de conclusies 18 tot en met 27, waarbij de excitatie zodanig is dat deze een echoresponsiesignaal teweegbrengt, en de vertraging tussen het einde van de excitatie en het echoresponsiesignaal optreedt.

29. Inrichting volgens conclusie 14 voor het onder toepassing van kernresonantie testen van een monster dat aanleiding geeft tot interfererende signalen, niet veroorzaakt door nucleaire resonantie, waarbij de middelen voor het exciteren en de middelen voor het detecteren zodanig zijn ingericht dat er een vertraging 20 van een vooraf bepaalde duur tussen het einde van de excitatie en het begin van de detectie is, en de nucleaire resonantie onderscheiden kan worden van de interfererende signalen.

30. Inrichting volgens conclusie 29, waarbij de vertraging groter is dan 200 μ s.

31. Inrichting volgens conclusie 29, waarbij de vertraging groter is dan 400, 500, 600 of zelfs 1000 μ s.

32. Inrichting volgens conclusie 29, waarbij de vertraging in het gebied van 200 tot 1500 μ s is.

25 33. Inrichting volgens conclusie 29, waarbij de vertraging in het gebied van 400 of 500 tot 1000 μ s ligt.

34. Inrichting volgens conclusie 29, waarbij de vertraging in het gebied van 500 tot 600 of 700 μ s ligt.

35. Werkwijze volgens een van de conclusies 17 t/m 28, waarbij kernresonantie wordt geëxciteerd onder gebruik van ten minste twee verschillende typen van excitatie zodanig dat de kernresonantie kan worden onderscheiden van interfererende signalen, niet veroorzaakt door kernresonantie, voortkomend uit het 30 monster, uit een vergelijking tussen de responsiesignalen van de verschillende typen van excitatie, en omvattende de stap van het vergelijken van de gedetecteerde responsiesignalen van de verschillende typen van excitatie.

36. Werkwijze volgens conclusie 35, waarbij één van de twee verschillende typen van excitatie een excitatiepuls omvat met een fliphoek teneinde een geïnverteerd responsiesignaal te genereren.

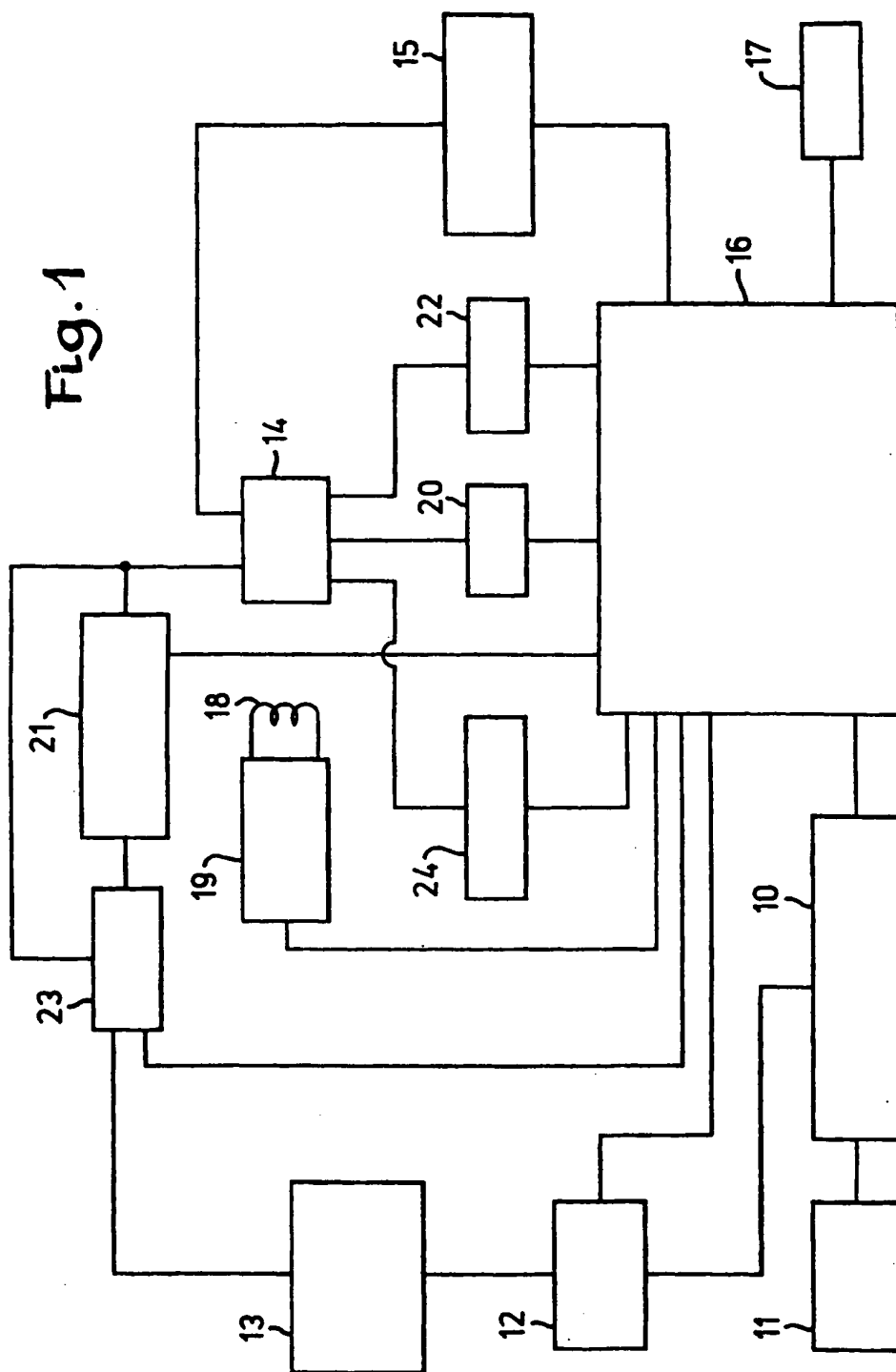
35 37. Werkwijze volgens conclusie 35 of 36, waarbij de verschillende typen van excitatie zodanig zijn dat deze, voor het respectievelijke responsiesignaal van elk verschillend type van excitatie, een kernresponsiesignaal en een interfererend signaal van een verschillende relatieve fase produceren.

38. Werkwijze volgens een van de conclusies 35 t/m 37, waarbij de verschillende typen van excitatie zodanig zijn dat deze kernresponsiesignalen van verschillende relatieve fase produceren.

40 39. Werkwijze volgens een van de conclusies 35 t/m 38, waarbij de verschillende typen van excitatie zodanig zijn dat deze, voor het respectievelijke responsiesignaal van elk verschillend type van excitatie, een kernresponsiesignaal en een interfererend signaal van een verschillende relatieve amplitude produceren.

40. Werkwijze volgens een van de conclusies 35 t/m 39, waarbij de verschillende typen van excitatie zodanig zijn dat deze de kernresponsies in verschillende mate verzadigen.

Hierbij 10 bladen tekening



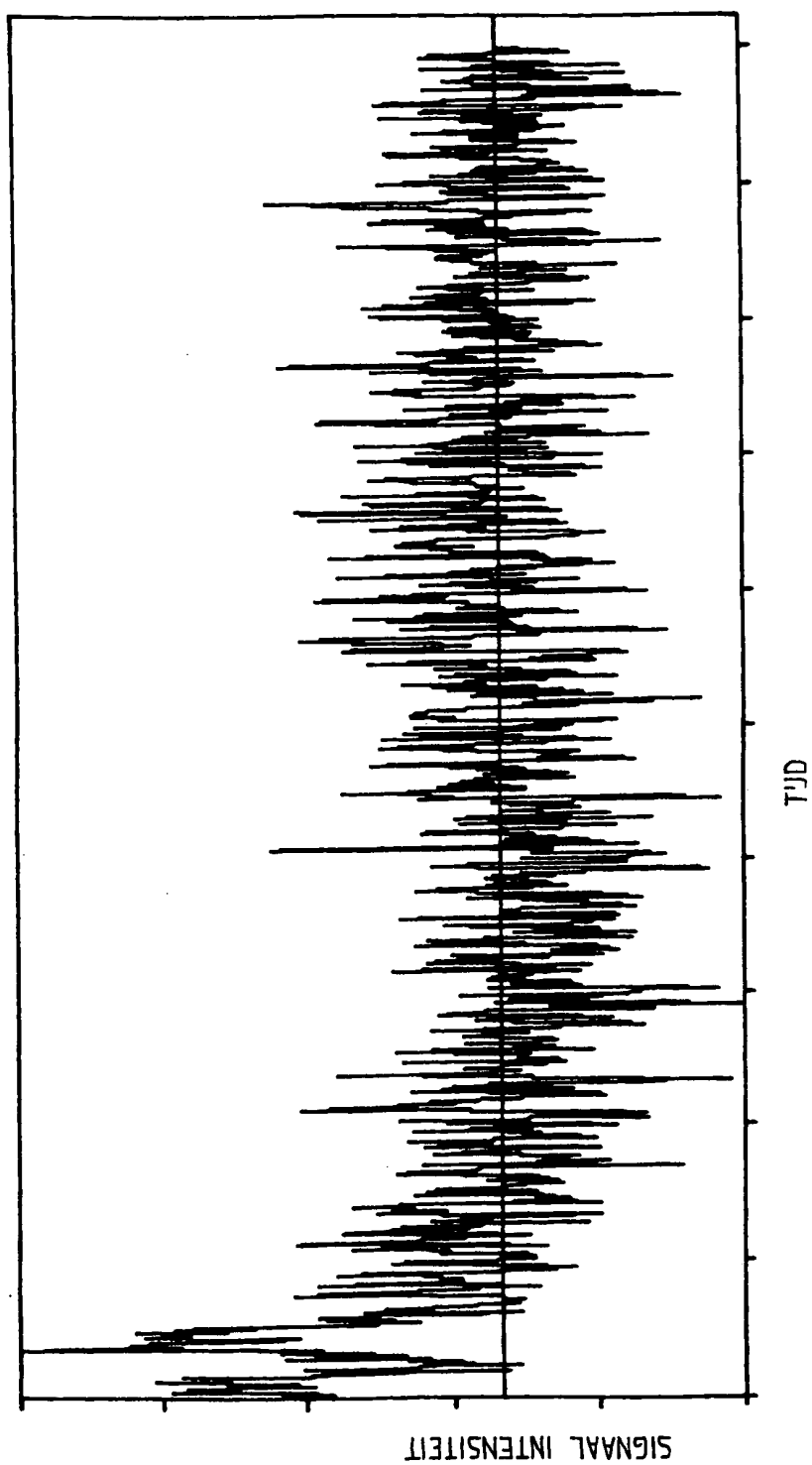


Fig. 2

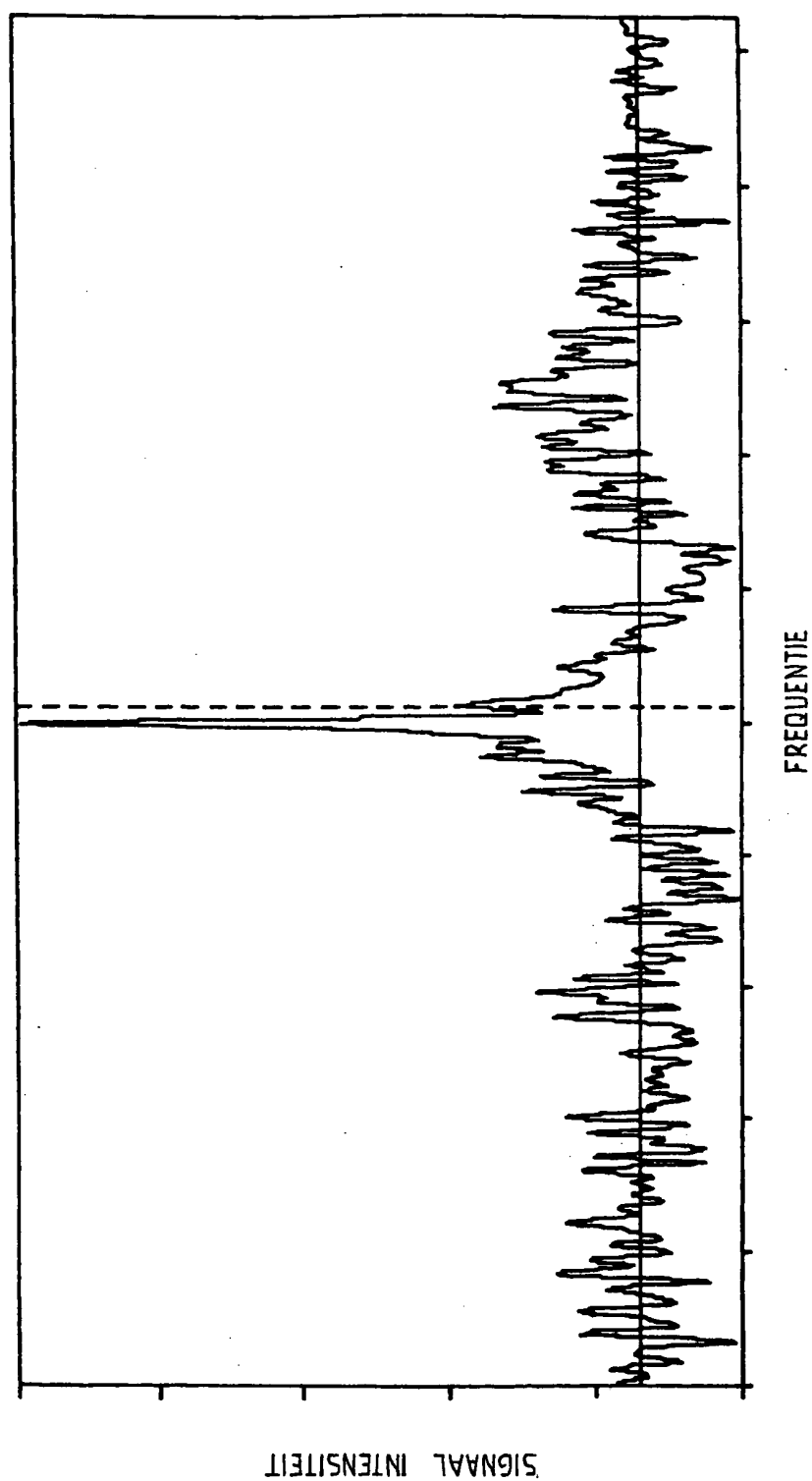


Fig. 3

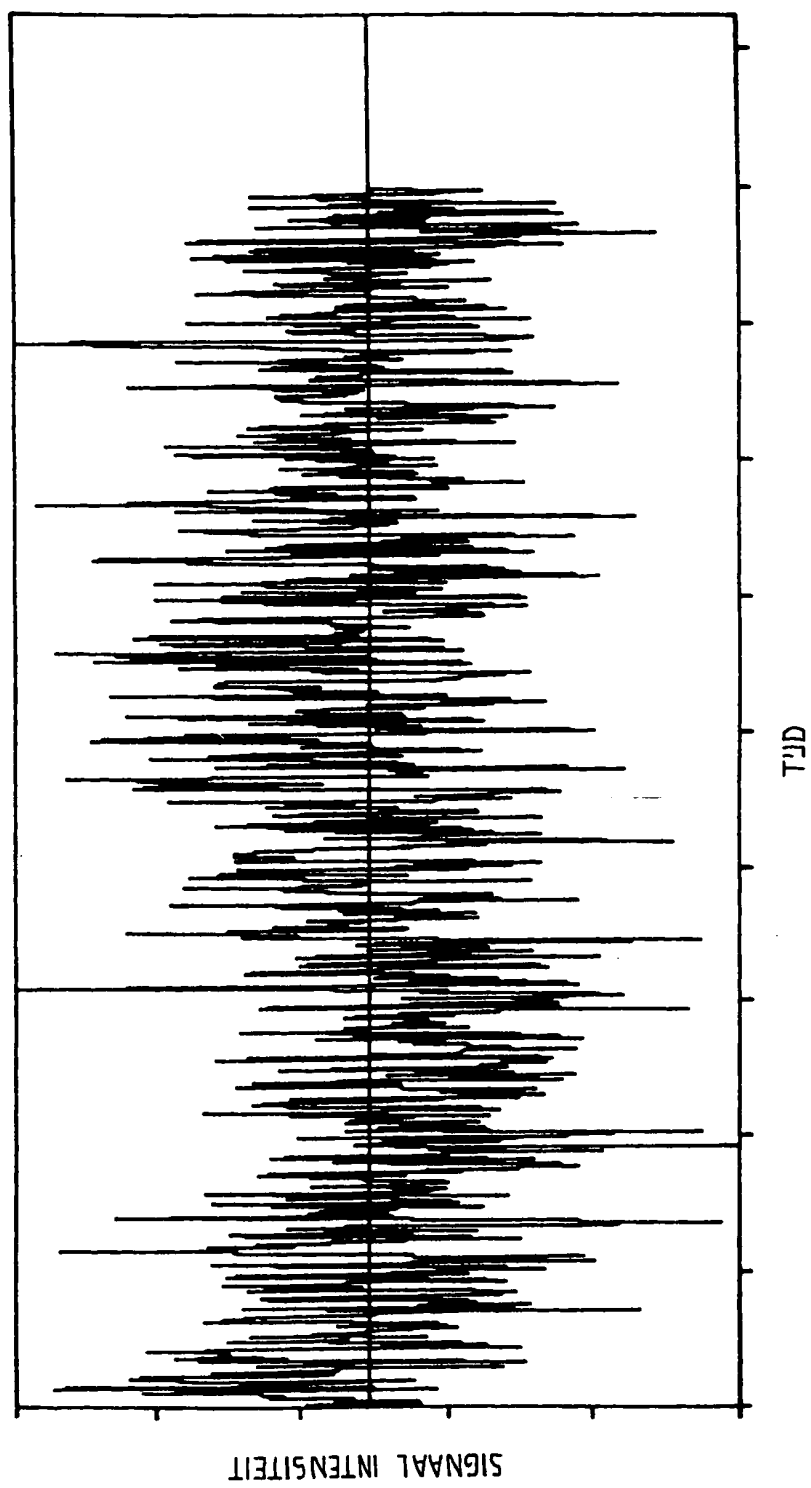


Fig. 4

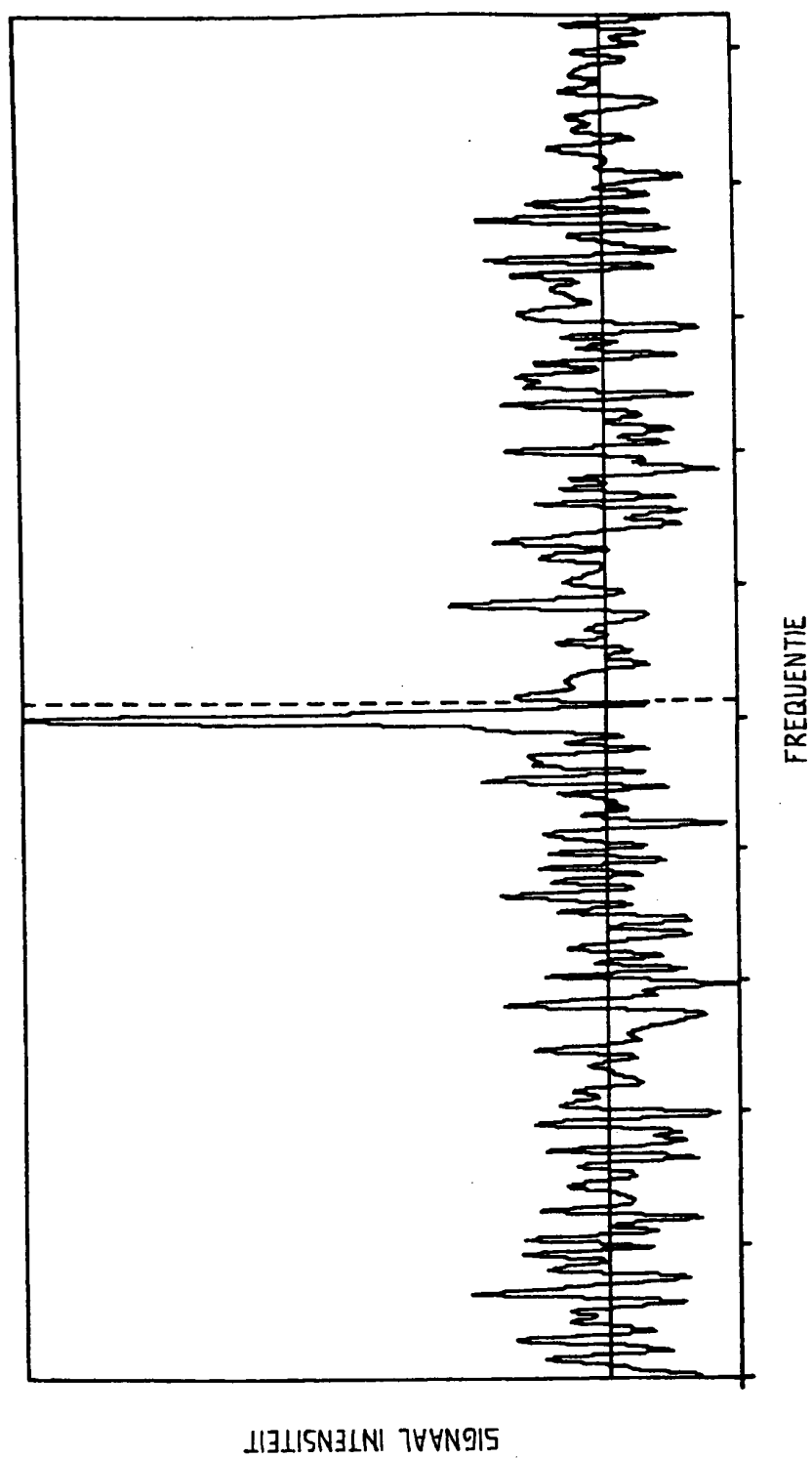


Fig. 5

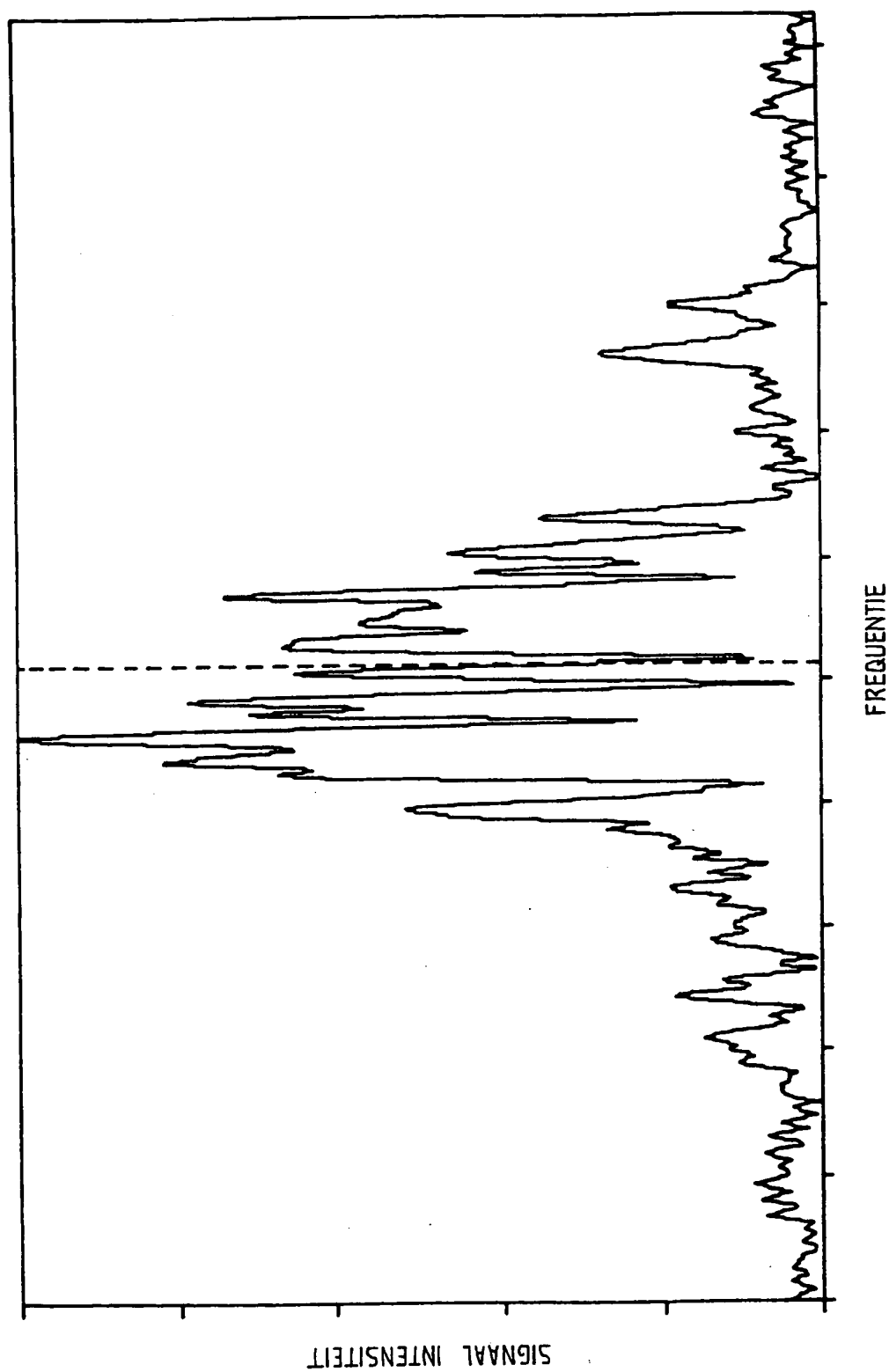


Fig.6

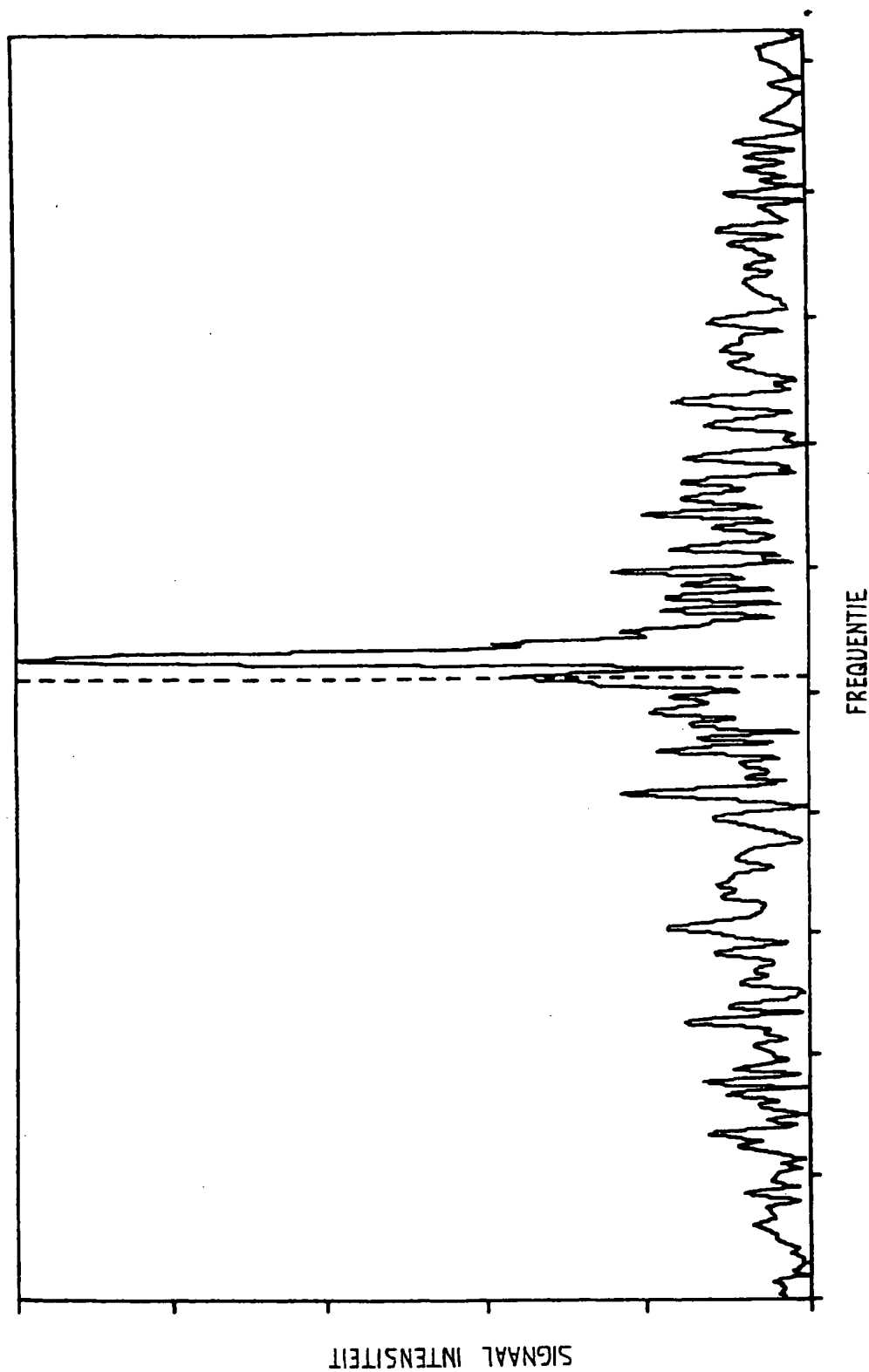


Fig. 7

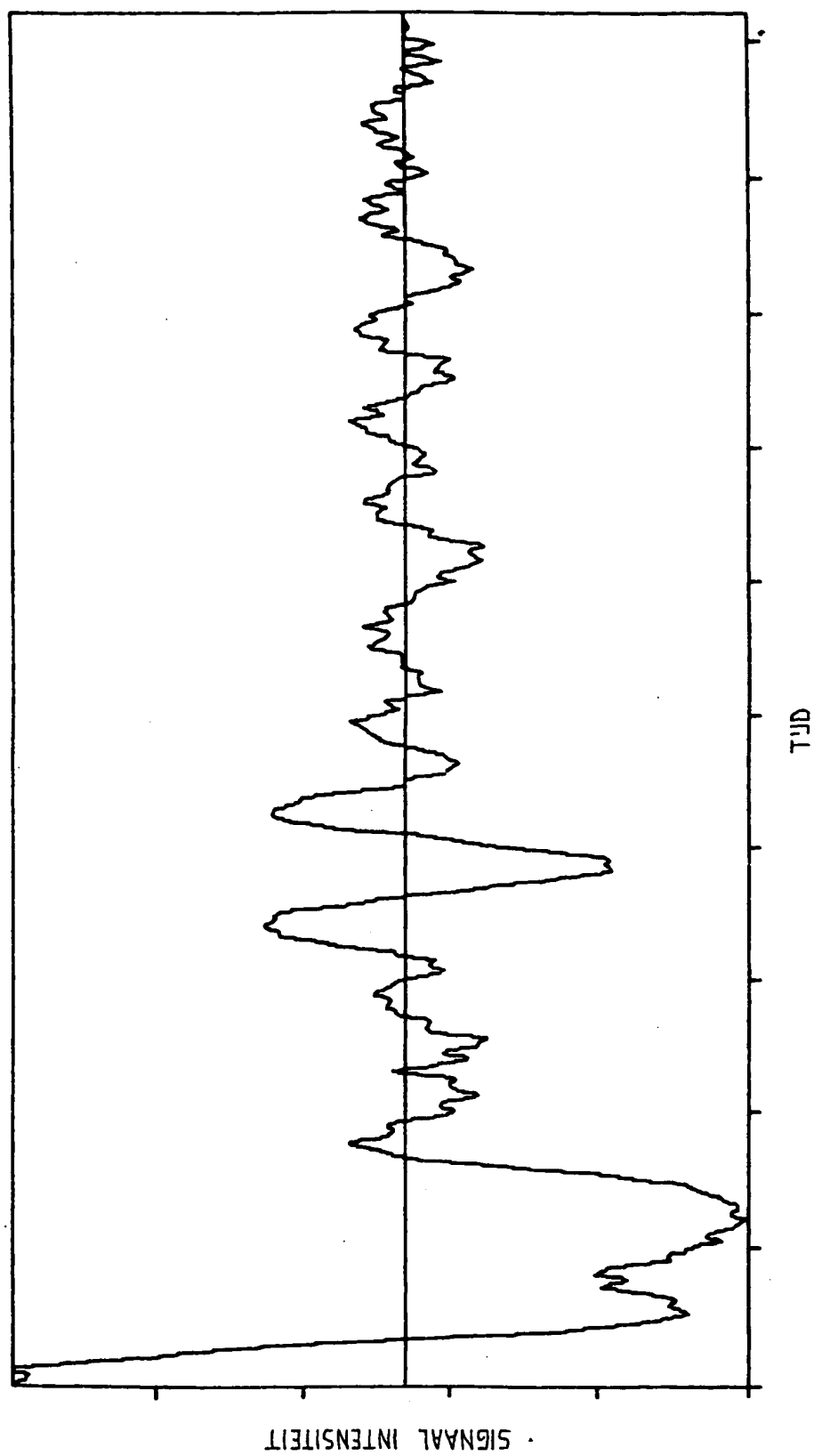


Fig. 8

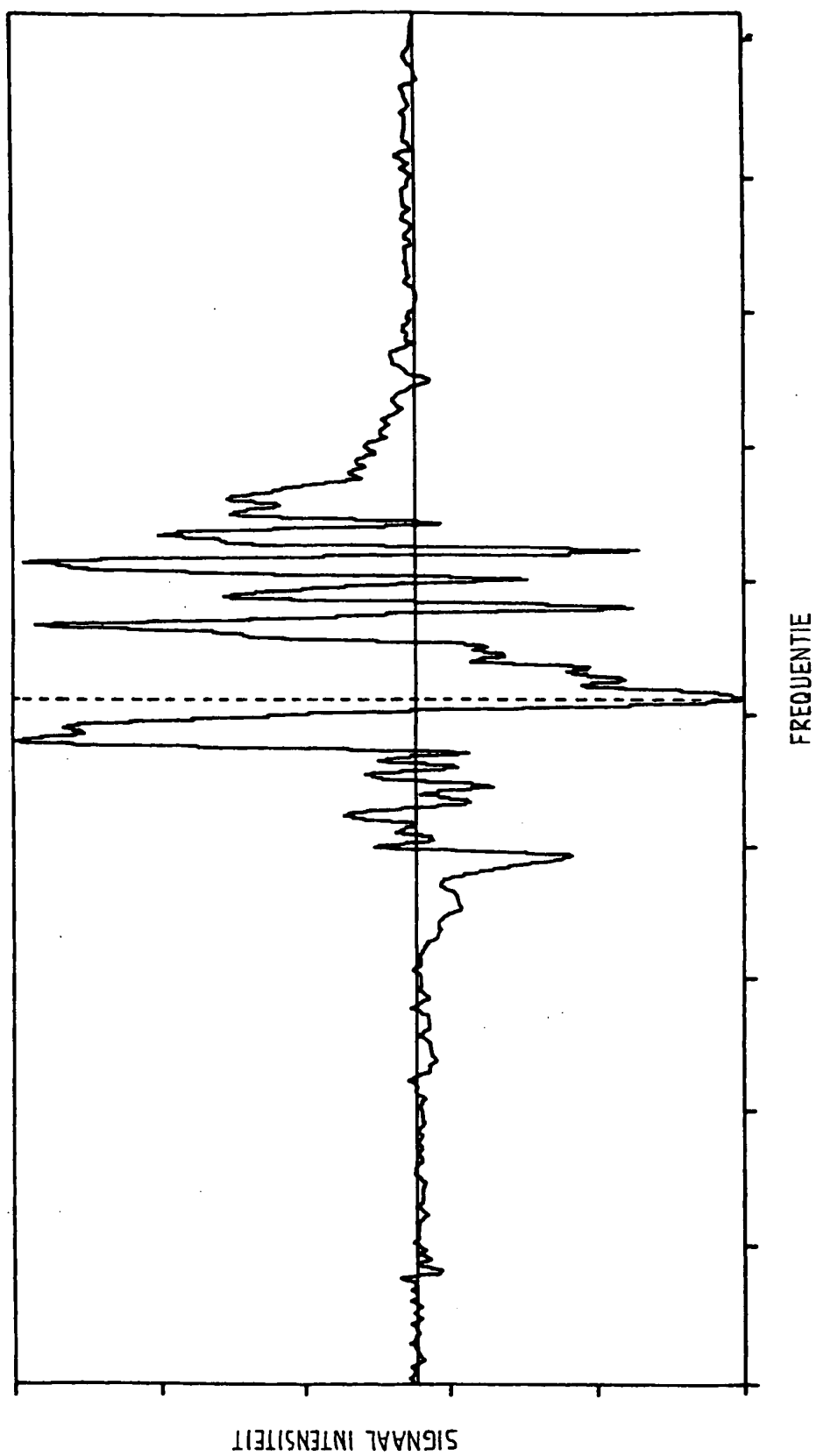


Fig. 9

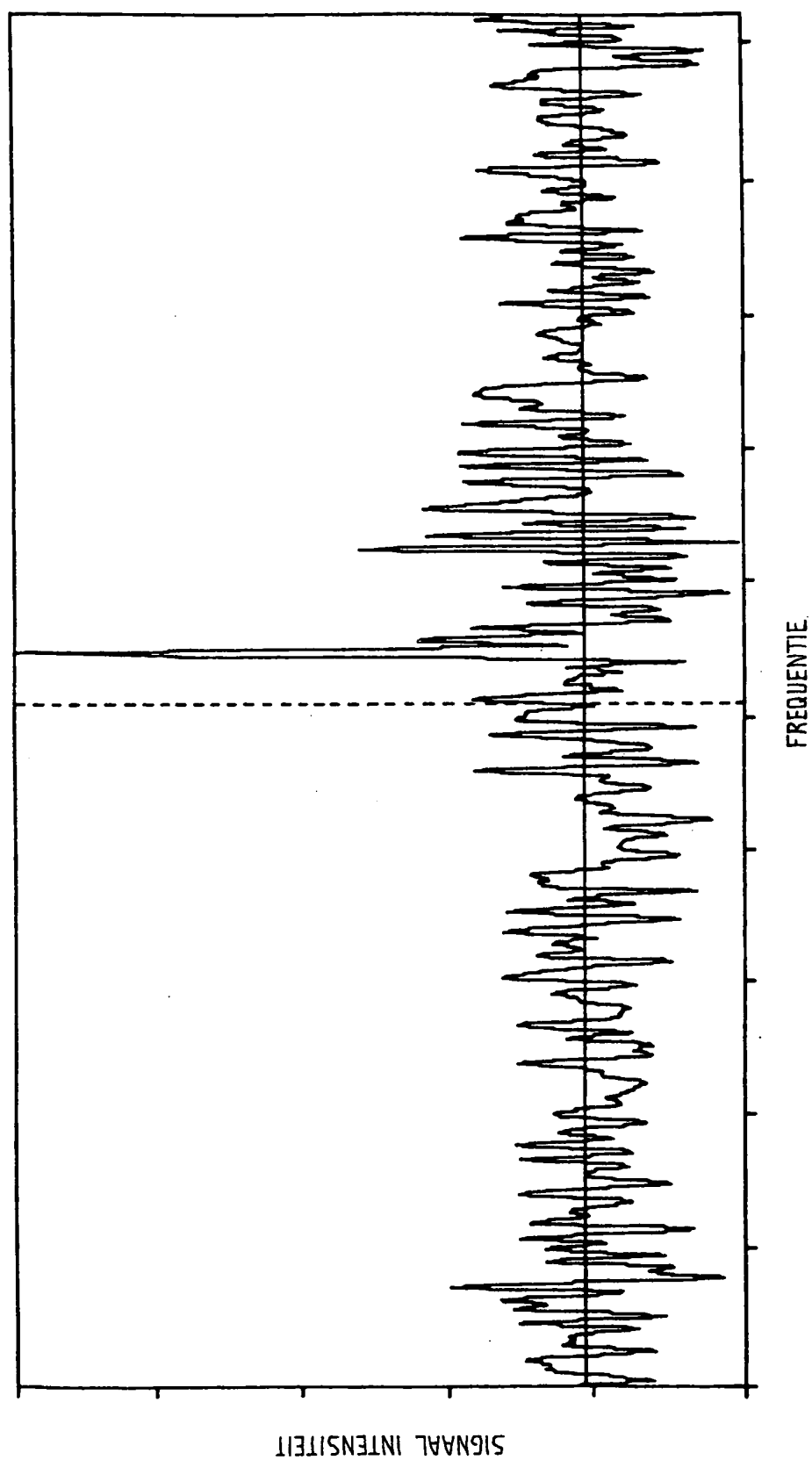


Fig. 10