

บทที่ 4

การทดลองและสรุปผล

ในการทดลอง NMR สารทดลองจะวางอยู่ในสนามแม่เหล็กสถิต B_0 ซึ่งจะเกิดทอร์ค ขนาด μB_0 แก่โปรตอนที่กำลังหมุน เป็นเหตุให้อนุภาคโปรตอนหมุนควงรอบแกนการหมุนใหม่คล้ายกับการหมุนควงของลูกข่างในสนามโน้มถ่วงโลก โดยมีอัตราเร็วเชิงมุม $\omega_0 = \gamma B_0$ สนาม B_1 ถูกให้แก่โปรตอน จากโรบินสันออสซิลเลเตอร์ โดยมีความถี่ในการออสซิลเลต (f_{osc}) = $\omega_{osc} / 2\pi$ และเมื่อความถี่ของโรบินสันออสซิลเลเตอร์เท่ากับ ω_0 โปรตอนจะเกิดเรโซแนนซ์โดยดูดกลืนพลังงานจากออสซิลเลเตอร์ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูดของสนามอาร์เอฟ จากการสังเกตการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูดนี้เราสามารถพิจารณา ถึงเงื่อนไขของการเรโซแนนซ์คือ $\omega_{osc} = \gamma B_0$ สำหรับโปรตอน γ จะเท่ากับ 42.57597 MHz/Tesla ดังนั้น เราสามารถหาค่าสนามแม่เหล็กสถิต ได้โดยการวัด ω_0 นอกจากนั้น NMR ยังสามารถใช้ในการศึกษาถึงความไม่สม่ำเสมอของสนามแม่เหล็กสถิตได้อีกด้วย โดยการวางสารทดลองที่ตำแหน่งต่างๆ ในสนามแม่เหล็ก ซึ่งทำให้เกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่ต่างๆ กันออกไป ทั้งนี้เพราะ $\omega_0/B_0 = \gamma$ ซึ่งมีค่าคงที่ ในการเกิดเรโซแนนซ์โปรตอนจะดูดกลืนพลังงานจากสนามอาร์เอฟเพียงส่วนน้อยเท่านั้น ดังนั้นจึงเป็นการยากที่จะวัด ω_{osc} ที่เท่ากับ ω_0 พอดี ในขณะที่ระบบของเราเกิดเรโซแนนซ์ ดังนั้นในทางปฏิบัติเราจะโมดูเลตสนาม B_0 ด้วยสนามเอเอฟ เพื่อให้สนาม B_0 กวาดผ่านตำแหน่งที่ $\omega_{osc} = \omega_0$ ซึ่งจะเกิดขึ้นอย่างเป็นคาบ ทำให้การตรวจวัด $\omega_{osc} = \gamma B_0$ เป็นไปได้อย่างถูกต้อง สนามเอเอฟขนาด B_m (โดยทั่วไปมีค่าประมาณ 10^{-3} ถึง 10^{-4} เวกอร์/ตารางเมตร) ที่ขึ้นกับเวลานี้ทำให้สนาม B_0 มีค่าเป็น $B_{dc} + B_m \sin \omega_m t$ ซึ่งในการทดลองของเราให้ $\omega_m = 50 \times 2\pi$ เรเดียน/วินาที ดังนั้นหากออสซิลเลเตอร์ของเราตั้งไว้ โดยให้ตำแหน่งเรโซแนนซ์อยู่ตรงกลางระหว่าง $\gamma(B_{dc} - B_m)$ กับ $\gamma(B_{dc} + B_m)$

พอดี เรโซแนนซ์ก็จะเกิดขึ้นอย่างสม่ำเสมอในเวลาทุกๆ 0.01 วินาที และหากตำแหน่งที่เกิดเรโซแนนซ์ไม่ได้อยู่ตรงกลาง เรโซแนนซ์ก็จะเกิดขึ้นอย่างเป็นคู่ในแต่ละคาบเวลา การเกิดเรโซแนนซ์ไม่ได้เกิดขึ้นเฉพาะตรงตำแหน่งที่ $\omega_{osc} = \omega_0$ จริงๆ เท่านั้น แต่จะเกิดขึ้นในช่วงความถี่แคบๆ โดยมีความถี่ ω_0 อยู่ตรงกลาง โดยการดูดกลืนสัญญาณจากสนามอาร์เอฟจะลดลงทั้งสองข้างของตำแหน่งที่ความถี่ตรงกับความถี่เรโซแนนซ์ และจะลดลงครึ่งหนึ่งจากค่ามากที่สุดตรงที่ $\omega_{osc} = \omega_0 + (\Delta\omega/2)$ โดย $\Delta\omega$ คือความกว้างมากที่สุดตรงตำแหน่งที่สัญญาณการดูดกลืนลดลงครึ่งหนึ่งและค่าเวลาผ่อนคลาย T_2 สามารถนิยามในเทอมของ ω ได้โดย $T_2 \approx 2/\Delta\omega$ ซึ่งมีสาเหตุมาจาก

1. เกิดจากความไม่สม่ำเสมอของสนามแม่เหล็กสถิต ซึ่งเป็นสาเหตุใหญ่
- และ 2. เกิดจากสนามแม่เหล็กภายในระหว่างนิวเคลียส (Local Field)

โดยเราสามารถอธิบายถึงสาเหตุได้ดังนี้

ในกรณีที่ 1. หาก B_0 มีค่าต่างกันที่ตำแหน่งต่างๆของสารตัวอย่าง ดังนั้น ω_{osc} จะมีค่าต่างออกไป ดังนั้นจะเกิดเรโซแนนซ์ที่เวลาต่างออกไป ในขณะที่สนามแม่เหล็กกวาดผ่านตำแหน่งต่างๆเหล่านี้ ส่วนในกรณีที่ 2 เกิดขึ้นเนื่องจากนิวเคลียสข้างเคียงสร้างสนามแม่เหล็กภายในรวมกับสนามแม่เหล็กสถิต

เนื่องจาก B_0 ถูกโมดูเลตด้วยสนาม AF ดังนั้นเรโซแนนซ์จะเกิดขึ้น 2-3 มิลลิวินาที ในแต่ละครั้งที่เราจะเห็นสัญญาณเรโซแนนซ์อีกครั้งระบบจะต้องผ่อนคลายกลับสู่สมดุลทางความร้อนซึ่ง เป็นปฏิกิริยาแม่เหล็กระหว่างสปินกับแลททิซ เพื่อให้ได้สัญญาณ NMR อีกครั้ง ค่าคงที่ของเวลา T_1 สำหรับ การผ่อนคลายสปินแลททิซจะต่อน้อยกว่าค่าเวลาในการเกิดเรโซแนนซ์แต่ละครั้ง

ในการทดลองตรวจวัดสัญญาณ NMR เราจัดเครื่องมือตามรูปที่ 4.1 สำหรับการทดลองแบบ cw และตามรูปที่ 4.5 สำหรับการทดลองแบบพัลส์ ในการทดลองแบบ cw โดยใช้น้ำมันเครื่องปริมาตร 10 cm^3 เป็นสารตัวอย่างมีชั้นตอนดังนี้

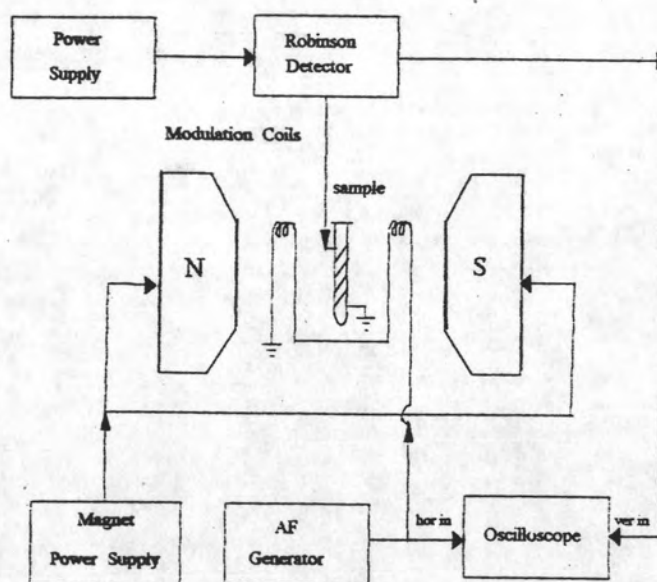
1. ต่อ signal out ของ NMR ออกซิซิลเลเตอร์เข้าทางแกน y ของออกซิซิลโลสโคป จะ

สังเกตเห็นสัญญาณลักษณะคล้ายสัญญาณรบกวน

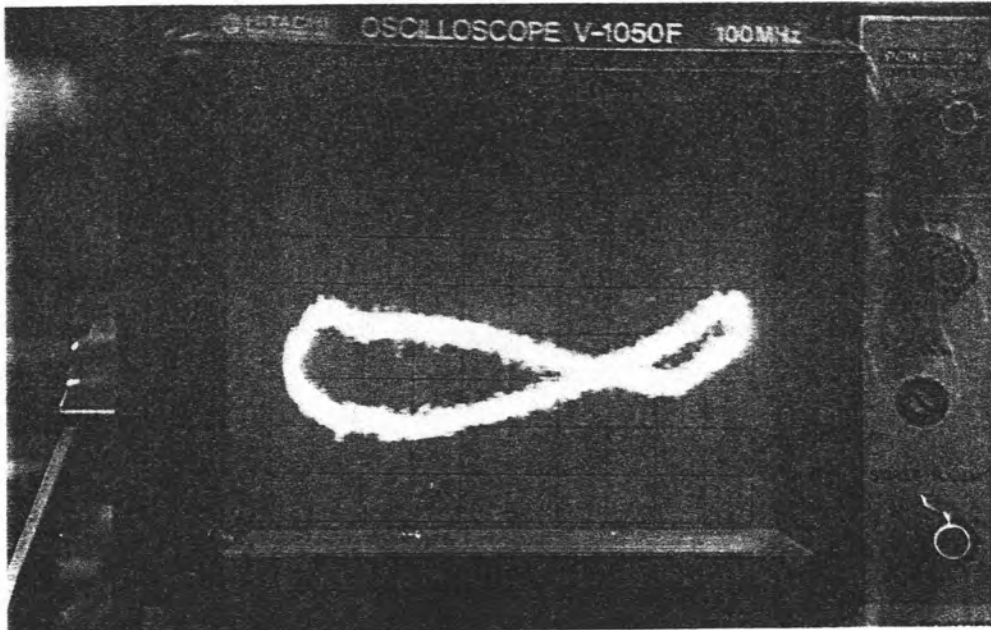
2. ต่อ RF out ของ NMR ออสซิลเลเตอร์เข้ากับเครื่องนับความถี่ และปรับความถี่ของ NMR ออสซิลเลเตอร์ให้ใกล้เคียงกับ f_0 ซึ่งในการทดลองมีค่าประมาณเท่ากับ 10 MHz ที่ความเข้มสนามแม่เหล็กสถิต ประมาณ 0.24 Tesla

3. ต่อสัญญาณจากเครื่องกำเนิดสัญญาณ AF เข้าไปโมดูลเตคคอยส์ พร้อมกับต่อเข้าทางแกน x จากออสซิลโลสโคปแบบ $x \leftrightarrow y$ จะเห็นสัญญาณการโมดูลเตคระหว่างแกน x กับแกน y ดังแสดงในรูปที่ 4.2 โดยหัวแม่เหล็กที่ใช้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 นิ้ว

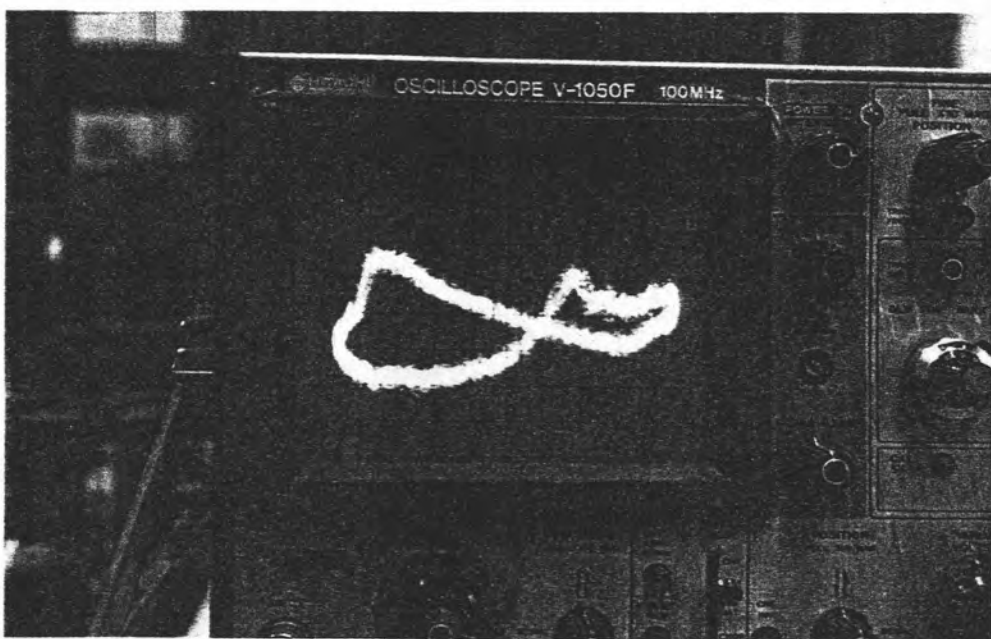
4. จ่ายกระแสให้แม่เหล็กไฟฟ้า ปรับปุ่มจ่ายกระแสเพื่อให้แม่เหล็กไฟฟ้ามีความเข้มของ $B_{dc} = f_0/\gamma_p$ ในการทดลองที่ความถี่ 10 MHz จะปรับปุ่มจ่ายกระแสที่ประมาณ 2.9-3 Amp แล้วปรับปุ่ม fine จนกระทั่งพบสัญญาณ NMR ดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.1 แสดงแผนภาพเครื่องมือที่ใช้วัดสัญญาณ NMR โดยวิธี cw



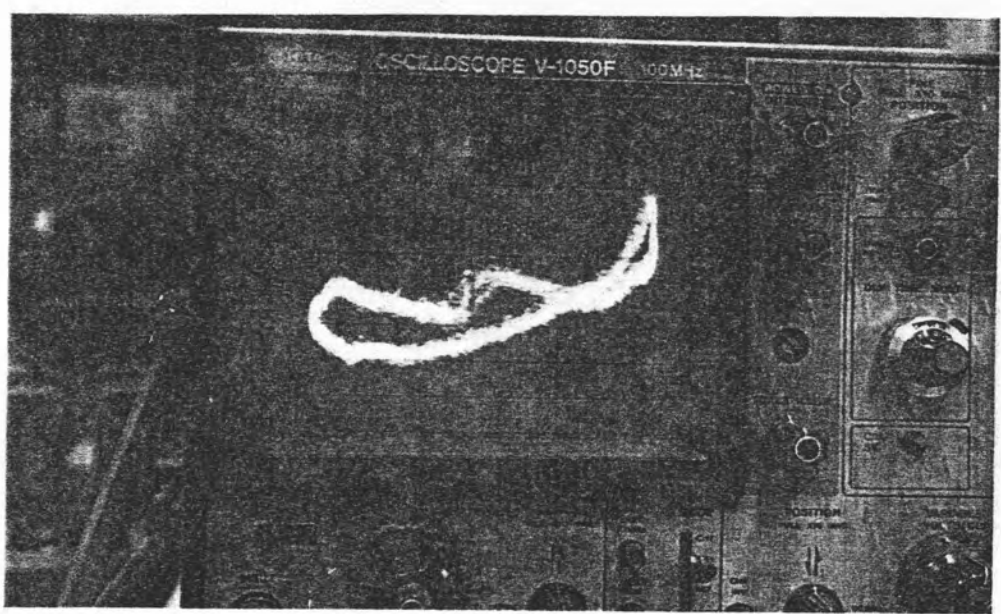
รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะสัญญาณขณะยังไม่เกิดเรโซแนนซ์ที่ 50mV/div



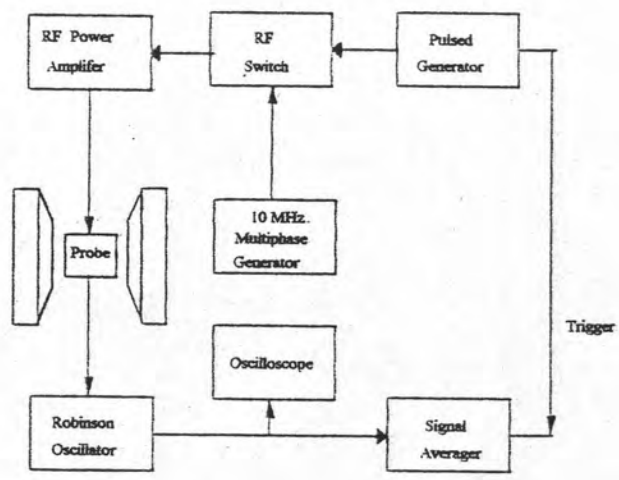
รูปที่ 4.3 แสดงสัญญาณ NMR ที่ได้จากโปรตอนของน้ำมัน 1 cm^3 ที่ 50mV/div

จากการสังเกตพบว่าสัญญาณ NMR จะเพิ่มขึ้นทันทีขณะที่กระแสเหนี่ยวนำแต่ต่อมาจะค่อยๆ ลดความแรงของสัญญาณลงโดยเวลาทั้งหมดในการลดลง (decay) ของสัญญาณประมาณ 4-5 สำหรับน้ำมันเครื่องซึ่งเป็นค่าประมาณต่ำสุดสำหรับค่าเวลา T_1 โดยถูกนิยามว่าเป็นค่าคงตัวสำหรับการทดลองจากสถานะอิ่มตัวของโปรตอนยังสถานะสมดุลความร้อน แต่การทดลองของเราเป็นเวลาจากสมดุลความร้อนไปยัง สถานะอิ่มตัวบางส่วน โดยค่าคงที่ของเวลาน้อยกว่า T_1 ซึ่งค่าเวลา T_1 เป็นสมบัติเฉพาะของสารตัว อย่างซึ่งไม่ขึ้นกับเครื่องมือตรวจวัด

เนื่องจากมีความแตกต่างกันระหว่างสัญญาณ NMR จากของแข็งและของเหลวโดยของแข็งนิวเคลียสแต่ละตัวอยู่ใกล้กัน ดังนั้นสนามแม่เหล็กของแต่ละนิวเคลียสจะเป็นผลรวมของสนามแม่เหล็กสถิต และสนามเนื่องจากโมเมนต์แม่เหล็กของนิวเคลียสข้างเคียง ดังนั้นสนามแม่เหล็กที่ตำแหน่งต่างๆ ในของแข็งจึงมีค่าแปรเปลี่ยนไปตามสนามแม่เหล็กจากโปรตอนข้างเคียง เพราะสนามนี้อาจเสริมหรือหักล้างสนามแม่เหล็กสถิต ซึ่งทั้งนี้ก็ขึ้นอยู่กับการวางตัวของโปรตอนข้างเคียง โปรตอนในของแข็งจึงเกิดเรโซแนนซ์ ที่ความถี่ต่างๆ กันจึงได้สัญญาณที่กว้างและอ่อนกว่า ส่วนในของเหลว ผลจากการเคลื่อนที่อย่างรวดเร็ว ของโมเลกุลของเหลว ทำให้ค่าเฉลี่ยของสนามแม่เหล็กจากนิวเคลียสข้างเคียงมีค่าน้อยภายในเวลาน้อย กว่าเวลาที่ทำให้นิวเคลียสซึ่งเดิมสายด้วยเฟสเดียวกันมีเฟสต่างกันเนื่องจากความถี่ลาร์มอร์ในการส่ายต่างกันในกรณีนี้สนามเนื่องจากนิวเคลียสข้างเคียงไม่มีผลทำให้สัญญาณ NMR กว้างขึ้น สัญญาณที่ได้รับ จึงแรงและแคบกว่าสัญญาณที่ได้รับจากของแข็งดังนั้นเพื่อทดสอบความสามารถ และประสิทธิภาพของโรบินสันออกซิลเลเตอร์จึงได้ทำการทดลองวัดหาปริมาณไขมันในเมล็ดทานตะวัน และเพื่อตัดปัญหาเรื่องสัญญาณจากโปรตอนในน้ำจึงทำการอบแห้งเมล็ดทานตะวันเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิ ประมาณ 90°C ก่อนที่จะนำมาทำการทดลอง ซึ่งสามารถแสดงสัญญาณ NMR ได้ดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 แสดงสัญญาณ NMR จากโปรตอน ในน้ำมันจากเมล็ดทานตะวันที50mV/div

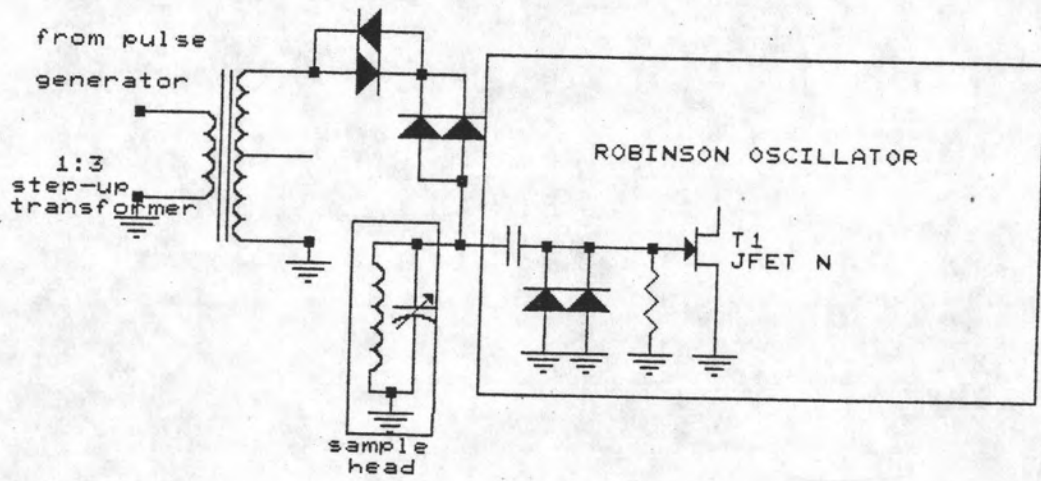


รูปที่ 4.5 แสดงแผนภาพของเครื่องมือที่ใช้วัดสัญญาณ NMR โดยวิธีแบบพัลส์

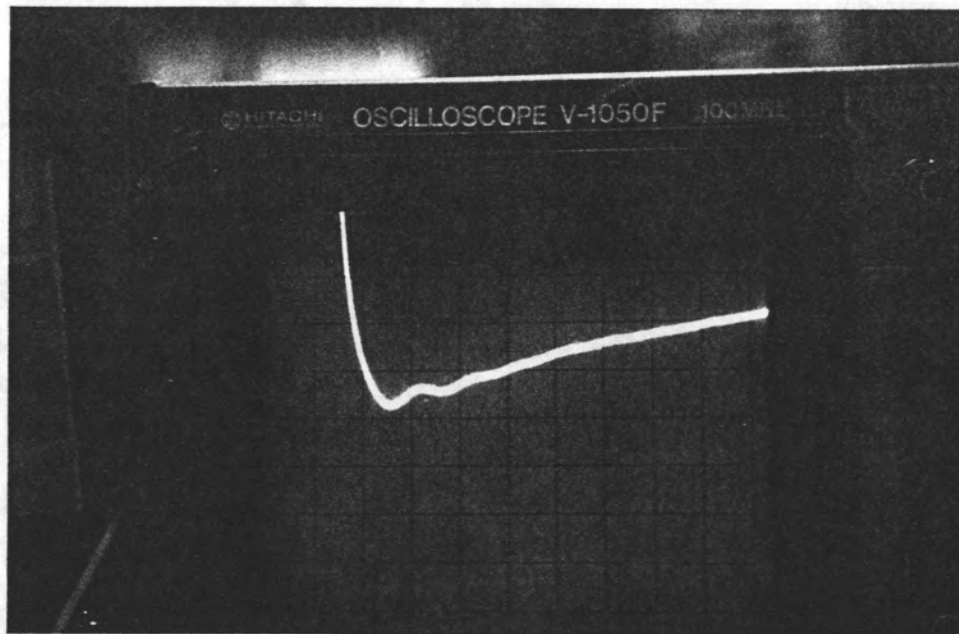
จากรูปที่ 4.5 การทำงานโดยย่อของระบบเริ่มจาก เครื่องกำเนิดคลื่นหลายเฟสความถี่ 10MHz (10 MHz Multiphase Generator) ส่งสัญญาณผ่านอาร์เอฟสวิตช์ (RF Switch) โดยมีเครื่องกำเนิดกำเนิดพัลส์ (Pulse Generator) เป็นตัวควบคุมจังหวะและความกว้างของการเปิดสวิตช์ อาร์เอฟพัลส์ที่ได้จะถูกขยายให้มีขนาดใหญ่ขึ้น (มีกำลังระดับ 10^2 W) โดยเครื่องขยายกำลังอาร์เอฟ (RF Power Amplifier) และหม้อแปลงเพื่อปรับสภาพสัญญาณให้เหมาะสมก่อนส่งเข้าไปให้สารทดลองที่อยู่ในคอยล์ สัญญาณที่ได้จากการเรโซแนนซ์ (ระดับไมโครโวลต์) จะวัดได้จากคอยล์อันเดียวกัน โดยจะถูกขยายและตรวจวัดด้วยโรบินสันฮอสซิลเลเตอร์และแสดงสัญญาณ NMR บนจอฮอสซิลโลสโคป

การทดลองแบบพัลส์

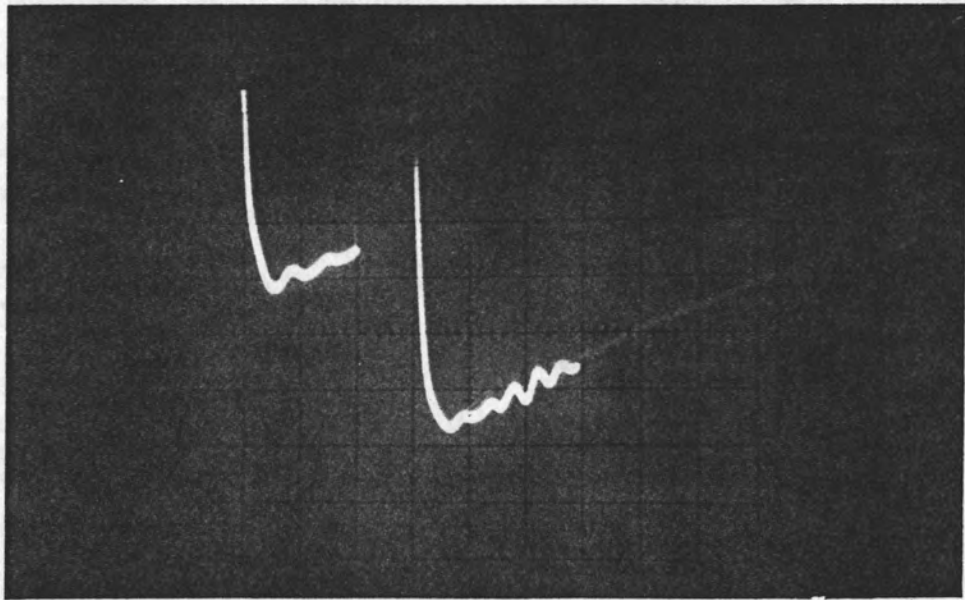
จากการทดลองแบบ cw สามารถตรวจวัดความถี่ลามอร์ของระบบสปินได้โดยตรงซึ่งทำให้สามารถปรับความถี่ของเครื่องกำเนิดพัลส์ ให้ตรงกับ ω_0 ได้ ในการทดลองครั้งนี้เราต้องการตรวจสอบถึงประสิทธิภาพของฮอสซิลเลเตอร์ที่สร้างขึ้น จึงทดลองตรวจวัดสัญญาณ FID และ ทดลองสปินเอกโค ก็ สามารถที่จะทดลองได้โดยการปรับแอมพลิจูด ของความกว้างและระยะห่างระหว่างพัลส์เท่านั้น ในการทดลองพัลส์ ความถี่สูงถูกส่งให้แก่สารตัวอย่างโดยผ่านวงจรเพิ่มเติมคือผ่านหม้อแปลงขึ้นและผ่านทางคู่ของไดโอดดังแสดงในรูปที่ 4.6 โดยไดโอดทำหน้าที่เป็นเสมือนสวิตช์ (switch) ตัดสัญญาณระหว่างเครื่องกำเนิดพัลส์กับสารตัวอย่างโดยเมื่อสิ้นสุดพัลส์คู่ของไดโอดจะมีความต้านทานสูงมากสัญญาณ จากการเรโซแนนซ์ที่เหนี่ยวนำในคอยล์จะผ่านไปยัง T_1 ของโรบินสันฮอสซิลเลเตอร์เพื่อที่จะสังเกตสัญญาณ FID โรบินสันฮอสซิลเลเตอร์จะปรับความถี่ให้ต่างจากความถี่เรโซแนนซ์ประมาณ 2-3 KHz สำหรับความถี่ 10 MHz และสนามแม่เหล็กประมาณ 0.24 Tesla โดยความถี่จากเครื่องกำเนิดพัลส์ ปรับให้ตรงกับความถี่ลามอร์ของระบบสปิน (10 MHz) หลังจากคลื่นความถี่สูงส่งผ่านไปในระบบสปิน การหมุนควงของแมกนีไทเซชันจะทำให้เกิดสัญญาณความถี่บีตส์ (beat frequency) ของ 2-3 KHz เกิดขึ้นจากการรวมกัน (superposition) ของสัญญาณ FID และ ความต่างศักย์ของโรบินสันฮอสซิลเลเตอร์ ดังแสดงในภาพที่ 4.7 และ 4.8 สำหรับการเกิดสปินเอกโค ตามลำดับ



รูปที่ 4.6 แสดงวงจรเพิ่มเติมของโรบินสันออสซิลเลเตอร์ในการทดลองแบบพัลส์



รูปที่ 4.7 แสดงการเกิดบิตส์ของสัญญาณFIDที่ 50 mV/div



รูปที่ 4.8 แสดงการเกิดสปีนเอกโคที่ 50mV/div

ปริมาณของสารตัวอย่างและความไวในการตรวจวัดสัญญาณ NMR

ความไว (sensitivity) ในการตรวจวัดสัญญาณ NMR สามารถแสดงได้ในเทอมของอัตราส่วนสัญญาณต่อคลื่นรบกวน (s/n) ซึ่งขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่างดังต่อไปนี้ 1. นิวเคลียสที่กำลังศึกษา 2. ปริมาณของสารตัวอย่าง 3. ความแรงของสนามแม่เหล็กของเครื่องตรวจวัด 4. การออกแบบเครื่องตรวจวัดโดยเฉพาะคอยล์รับสัญญาณ อื่นๆ โดยอัตราส่วนสัญญาณต่อคลื่นรบกวนมีค่าเท่ากับ

$$s/n = 2.5 * \text{ความสูงของสัญญาณ} / \text{สัญญาณรบกวนจากยอดถึงยอด}$$

สำหรับการทดลองที่ใช้น้ำมันเครื่องปริมาตร 10 cm³ เป็นสารตัวอย่างมีค่า s/n ประมาณ 8 สำหรับสนามแม่เหล็กไฟฟ้าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 นิ้ว ที่ความถี่ 10 MHz 0.23 เทสลา และ มีค่าประมาณ 32 สำหรับแม่เหล็กไฟฟ้าเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 นิ้ว

สรุป

เอ็นเอ็มอาร์ดีเทคเตอร์แบบโรบินสันที่สร้างขึ้นนับว่ามีคุณภาพเป็นที่น่าพอใจโดยให้ความถี่อาร์เอฟ(ระดับมิลลิโวลต์)ที่มีเสถียรภาพดีและมีสัญญาณรบกวน(ระดับไมโครโวลต์)ต่ำมาก จึงเหมาะสำหรับที่จะใช้ในงานทดลอง การเรียนการสอนและการวิจัยในทางเอ็นเอ็มอาร์อีกทั้งยังสามารถทำงานได้ทั้งในการทดลองเอ็นเอ็มอาร์แบบคลื่นต่อเนื่องและแบบพัลส์

สำหรับปัญหาที่พบในการทำงานวิจัยคือ การหาซื้ออุปกรณ์ทางอาร์เอฟได้ยากมากซึ่งส่วนทรานซิสเตอร์ที่ใช้ในการสร้างโรบินสันดีเทคเตอร์นี้ไม่ตรงตามที่ได้มีการออกแบบไว้ ดังนั้นในการสร้างจึงต้องมีการปรับเปลี่ยนค่าอุปกรณ์บางส่วนโดยต้องทำการทดลองสร้างจริงและทดสอบการทำงานจึงทำให้เกิดความล่าช้า เพราะการสร้างเครื่องมือที่เกี่ยวข้องกับความถี่สูงเป็นงานที่ละเอียด

ข้อเสนอแนะ

การที่จะปรับปรุงโรบินสันดีเทคเตอร์เครื่องนี้ สามารถที่จะกระทำได้โดยการออกแบบลายวงจรพิมพ์ใหม่ ซึ่งควรใช้แผ่นวงจรพิมพ์สองหน้าโดยให้ด้านหนึ่งเป็นลายวงจร ส่วนอีกด้านหนึ่งเป็นลายกราวด์ โดยจะเชื่อมต่อดึงกันผ่านทางพีดีทรู ซึ่งควรชิลด์แต่ละภาคของวงจรและใช้สายชิลด์ในการป้องกันสัญญาณ ส่วนอุปกรณ์ภาคการป้องกันกลับเช่น C_1 และ C'_1 อาจใช้เป็นตัวต้านทานซึ่งจะทำให้สะดวกและได้ค่าที่แม่นยำขึ้น หรืออาจใช้ขดลวดแทนก็ได้ และจากรูปที่ 4.8 จะเห็นว่ามิ้ระดับสัญญาณ DC สูงมากหลังจากสิ้นสุดพัลส์แล้ว ทำให้สังเกตสัญญาณ NMR จากออสซิลโลสโคปได้ไม่ชัดเจน ซึ่งเป็นผลมาจากวงจรขยายส่วนหน้า (T_1) ในวงจรออสซิลเลเตอร์อยู่ในภาวะอิ่มตัว (saturation) เปรียบเทียบกับสปีนเอโคจากสเปกโทรมิเตอร์แบบพัลส์ (ไพศาล, 2533) ซึ่งได้มีการออกแบบวงจรปริแอมพลิไฟเออร์ไว้เป็นอย่างดี ที่ให้สัญญาณสปีนเอโคที่ชัดเจนกว่าดังแสดงในรูป ข-1 ดังนั้นจึงควรมีการปรับปรุงวงจรโรบินสันออสซิลเลเตอร์ในภาคขยายส่วนหน้าให้สัญญาณ DC ลดลง