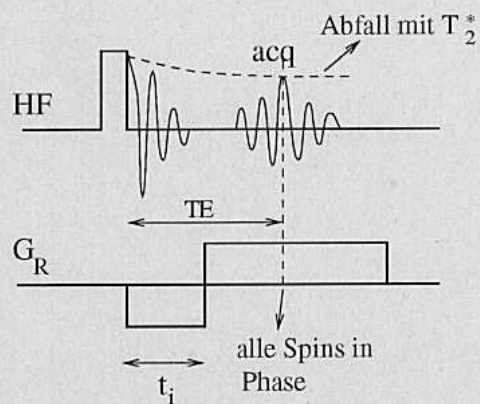


# Seminar

## NMR für EP5-Neulinge



von  
Markus von Kienlin

Juni/Juli 1996

ausgearbeitet von  
Claudia Weidensteiner

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Grundlagen eines NMR-Experiments</b>	<b>3</b>
1.1 Beschreibung im Laborsystem . . . . .	3
1.2 Rotierendes Koordinatensystem . . . . .	4
<b>2 Pulse und Pulssequenzen</b>	<b>5</b>
2.1 90°-Puls . . . . .	5
2.2 Spin-Echo . . . . .	6
2.3 Selektive Pulse . . . . .	9
2.4 Adiabatische Pulse . . . . .	11
<b>3 Hardware, insbesondere AMX</b>	<b>12</b>
3.1 Magnet und Spulen . . . . .	12
3.2 Pulsgeneration . . . . .	12
3.3 Signalverstärkung und -verarbeitung . . . . .	13
3.3.1 Phasensynchrone Detektion . . . . .	13
3.3.2 Digitalisierung . . . . .	14
3.3.3 Quadraturdetektion . . . . .	15
<b>4 Signalbearbeitung</b>	<b>17</b>
4.1 Artefakte im Spektrum . . . . .	17
4.1.1 Gleichspannungsoffset . . . . .	17
4.1.2 Quadraturfehler . . . . .	17
4.1.3 Wiggles . . . . .	17
4.2 Filterfunktionen . . . . .	18
<b>5 Phasenkorrektur</b>	<b>19</b>
5.1 Phasenkorrektur 0. Ordnung . . . . .	19
5.2 Magnitude Calculation . . . . .	20
5.3 Zero Filling . . . . .	20
5.4 Phasenkorrektur 1. Ordnung . . . . .	21

<b>6</b>	<b>Phasenzyklen</b>	<b>23</b>
6.1	CYCLOPS . . . . .	23
6.2	Fehlerbehebung bei der Prozessierung . . . . .	25
6.2.1	Baseline Correction . . . . .	25
6.2.2	Quadratur Correction . . . . .	25
6.3	EXORCYCLE . . . . .	25
6.4	Gradienten als Spoiler . . . . .	27
6.5	Phasenzyklen in der Bildgebung . . . . .	27
<b>7</b>	<b>Gradienten</b>	<b>29</b>
7.1	Schichtselektion . . . . .	29
7.2	Lesegradient . . . . .	31
7.2.1	Projection Reconstruction . . . . .	31
7.2.2	Gradientenecho . . . . .	31
7.2.3	Berechnung von Gradientenstärken . . . . .	32
7.3	Phasengradienten . . . . .	34
7.4	Artefakte in der Bildgebung . . . . .	35
7.4.1	Chemical Shift Artefact . . . . .	35
7.4.2	Suszeptibilitätsartefakte . . . . .	35
7.5	Spektroskopische Bildgebung . . . . .	36

# 1 Grundlagen eines NMR-Experiments

## 1.1 Beschreibung im Laborsystem

Die Probe befindet sich in einem statischen  $B_0$ -Feld (siehe 1), das in Richtung der z-Achse anliegt und dessen Stärke sich im Tesla-Bereich bewegt (Bsp.: AMX 11.75 T, Biospec 7 T, Ganzkörper 2 T). Das  $\vec{B}_0$ -Feld bewirkt eine Aufspaltung der Zeeman-Niveaus; durch die unterschiedliche Besetzungsdichte der einzelnen Niveaus (durch die Boltzmann-Verteilung gegeben) ergibt sich eine Nettomagnetisierung  $\vec{M}_0$  in Richtung von  $\vec{B}_0$ .

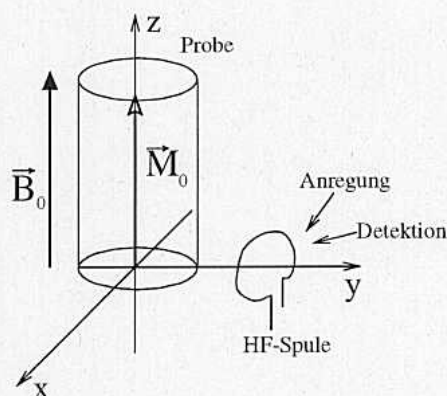


Abb 1: Wirkung eines  $90^\circ$ -Pulses im rotierenden Koordinatensystem

Um diese zu messen, werden die Spins angeregt, d.h.  $\vec{M}_0$  wird aus seiner Ruhelage ausgelenkt. Dies geschieht durch ein linear polarisiertes HF-Feld  $\vec{B}_1$  ( $\mu\text{T}$  bis  $\text{mT}$ -Bereich) in x-Richtung, wodurch  $\vec{M}_0$  auf eine Spiralbahn um  $\vec{B}_0$  gezwungen wird und sich in Richtung der xy-Ebene bewegt.  $\vec{M}_0$  präzediert mit der Frequenz  $\omega_0 = \gamma B_0$  um  $\vec{B}_{\text{eff}} = \vec{B}_0 + \vec{B}_1$ . Das linear polarisierte HF-Feld kann man sich aus zwei entgegengesetzt zirkular polarisierten HF-Feldern zusammengesetzt denken, eines läuft in Phase mit  $\vec{M}_0$  und bewirkt die Auslenkung, das andere ist völlig außer Phase und kann vernachlässigt werden.

Schaltet man das HF-Feld ab, so kehrt  $\vec{M}_0$  aufgrund von Relaxationsprozessen in die Ruhelage zurück. Die sich zeitlich ändernde Transversalkomponente der präzedierenden Magnetisierung (deren Betrag durch die Relaxation abnimmt), induziert in der HF-Spule eine oszillierende Spannung, die das eigentliche, zu detektierende Signal darstellt.

## 1.2 Rotierendes Koordinatensystem

Die im ruhenden Laborsystem  $\Sigma$  beschriebene Bewegung erscheint ziemlich unanschaulich, sie vereinfacht sich beim Übergang in ein mit  $\omega_0$  um die  $z$ -Achse rotierendes Koordinatensystem  $\Sigma'(z = z')$ . Betrachtet man die Magnetisierung  $\vec{M}_0$ , die beliebig im Raum steht (aber nicht  $\parallel z$ ), so führt sie in  $\Sigma$  eine Präzession mit  $\omega_0$  um  $\vec{B}_0$  aus; in  $\Sigma'$ , das mit  $\omega_0$  relativ zu  $\Sigma$  rotiert, ändert sich nichts, d.h.  $B_0$  zeigt in  $\Sigma'$  keine Wirkung. Das  $B_1$ -Feld bewirkt eine Rotation um die  $x'$ -Achse von  $\Sigma'$  mit der Frequenz  $\omega_1 = \gamma B_1$ . Aus der Spiralbewegung wird also eine einfache Kreisbewegung. Der Auslenkwinkel  $\alpha$  von  $\vec{M}_0'$  (siehe Abb. 2) ist von der Dauer des HF-Pulses  $t$  abhängig, und bestimmt sich entsprechend

$$\alpha = \omega_1 t.$$

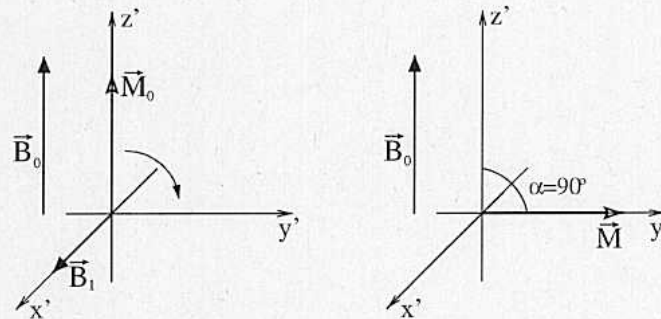


Abb 2: Wirkung eines  $90^\circ$ -Pulses im rotierenden Koordinatensystem

Ein Zahlenbeispiel für Protonen:

$$B_0 \simeq 12T \rightarrow \omega_0 \simeq 2\pi 500 \text{ MHz}$$

$$B_1 \simeq 1.2mT \rightarrow \omega_1 \simeq 2\pi 50 \text{ kHz}$$

Ist die Resonanzfrequenz der Substanz verschieden von  $\omega_0$ , so rotiert der Magnetisierungsvektor nun auch in  $\Sigma'$ . Das entspricht der Einwirkung eines Feldes  $\vec{B}'_z$  in Richtung der  $z'$ -Achse. Das effektiv wirkende Feld  $\vec{B}'_{eff}$  wird nun vektoriell aus  $\vec{B}'_1$  und  $\vec{B}'_z$  addiert (siehe Abb. 3). Beispielsweise für  $B'_1 = B'_z = 1 \text{ kHz}$  dreht sich  $\vec{M}'_0$  nun mit  $1.4 \text{ kHz}$  um den um  $45^\circ$  gegenüber der  $x'$ -Achse gekippten Vektor  $\vec{B}'_{eff}$ . Spins, die sich off-resonant verhalten, führen – verglichen mit den on-resonanten Spins – nach einem HF-Puls zu einer Änderung des Betrages der Magnetisierung und deren Phase. Entspricht z.B. für die Resonanzfrequenz von  $1 \text{ kHz}$  eine Pulsdauer von  $250 \mu\text{s}$  einem  $90^\circ$ -Puls, so ergibt dieselbe Pulsdauer bei der Frequenz  $1.4 \text{ kHz}$  eine Drehung um  $120^\circ$ . Bei einem off-resonance Verhalten ist kein  $180^\circ$ -Puls denkbar, da die Magnetisierung nur um die

Achse von  $\vec{B}'_{eff}$  und nicht um die  $x'$ -Achse gedreht werden kann. Die Magnetisierung kann sich nur auf einem Rotationskegel um  $\vec{B}'_{eff}$  bewegen, wie in Abb. 3 zu sehen ist.

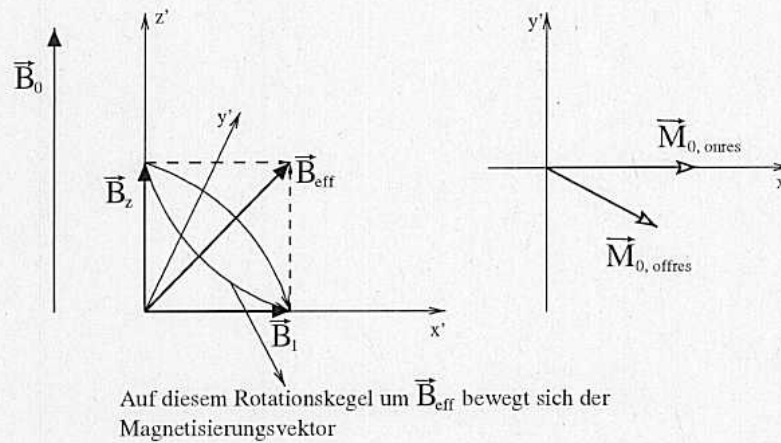


Abb 3: Wirkung eines off-resonanten Pulses

## 2 Pulse und Pulssequenzen

### 2.1 90°-Puls

Der Vorteil der gepulsten NMR ist, daß nach einem einzigen Puls im detektierten Signal das gesamte Spektrum enthalten ist (wegen der Bandbreite des Anregungspulses). Die gleiche Messung kann man mehrmals (N-mal) wiederholen, um ein besseres Signal-zu-Rauschen-Verhältnis (SNR) zu bekommen:

$$SNR \propto \sqrt{N}$$

Dagegen wird bei der continuous wave NMR verwendet die eingestrahlte Hochfrequenz bzw. die Magnetfeldstärke so lange verändert (durchgefahren), bis man in Resonanz ist.

Basis der gepulsten NMR bildet die Auslenkung der Magnetisierung um einen definierten Winkel  $\alpha$ . Ein sogenannter Hard-Puls hat eine Rechteckform, und die Pulslänge (die Breite des Rechtecks) bestimmt den Drehwinkel gemäß  $\alpha = \omega \cdot t$ . Die Pulsdauer eines z.B. 90°-Pulses sollte für jede Probe neu ausgemessen werden. Wichtig ist, daß man dabei on-resonant einstrahlt.

Um die Auslenkung zu bestimmen, strahlt man Pulse der betrachteten Frequenz mit wachsender Pulsdauer, d.h. zunehmenden Auslenkwinkel  $\alpha$  ein, und detektiert die Systemantwort in Abh. dieser Pulsdauern. Die Einhüllende des Betrags der transversalen Magnetisierung, also die gemessene Signalhöhe, sollte idealerweise eine Sinusfunktion ergeben (siehe Abb. 4), mit Nulldurchgängen für  $\alpha = 0^\circ, 180^\circ, 360^\circ$ . Wegen der  $T_1$ -Sättigung verzerrt sich aber die Kurve (den Sinus erhält man bei ausreichend langen Repetitionszeiten, z.B.  $5T_1$ ). Anstatt des Maximum bei  $90^\circ$  bestimmt man den Nulldurchgang bei  $\alpha = 180^\circ$  oder besser noch den bei  $\alpha = 360^\circ$  (wegen der größeren Steigung, siehe Abb. 4), denn Nulldurchgänge lassen sich genauer bestimmen als Maxima. Die  $90^\circ$ -Pulsdauer ist dann ein Viertel der  $360^\circ$ -Pulsdauer.

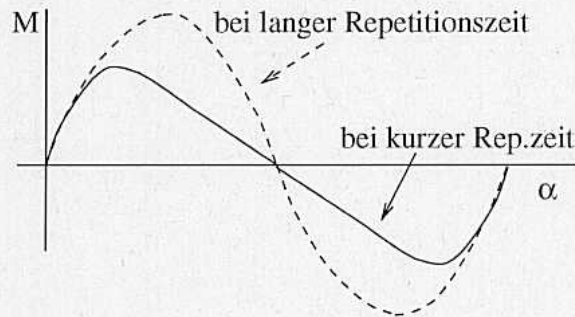


Abb 4: Einhüllende der Signalhöhe in Abh. vom Pulswinkel

In der Praxis können sich Komplikationen ergeben, falls mit großer Leistung eingestrahlt wird. Aus Gründen des Hardwareschutzes kann man dann nicht die für eine  $360^\circ$ -Drehung nötigen langen Pulsdauern einstrahlen. Dann kann man nur kleinere Pulswinkel bestimmen.

## 2.2 Spin-Echo

Der zeitliche Abfall eines FID wird durch die Spin-Spin-Wechselwirkung (Abfall mit der Zeitkonstanten  $T_2$ ) und durch die Inhomogenitäten des  $B_0$ -Feldes (Abfall mit der Zeitkonstanten  $T_2'$ ) bestimmt.

Die Spin-Spin-Wechselwirkung entsteht durch das Einwirken der magn. Momente der benachbarten Spins, und führt dazu, daß jeder Spin mit einer etwas anderen Frequenz rotiert. Dieser mikroskopische Effekt kann nicht beeinflußt werden! Je größer die Frequenzverteilung der angeregten Spins, z.B. von Wasser ist, umso schneller fällt der FID in der Zeitdomäne ab, d.h. die Zeitkonstante ist kleiner.

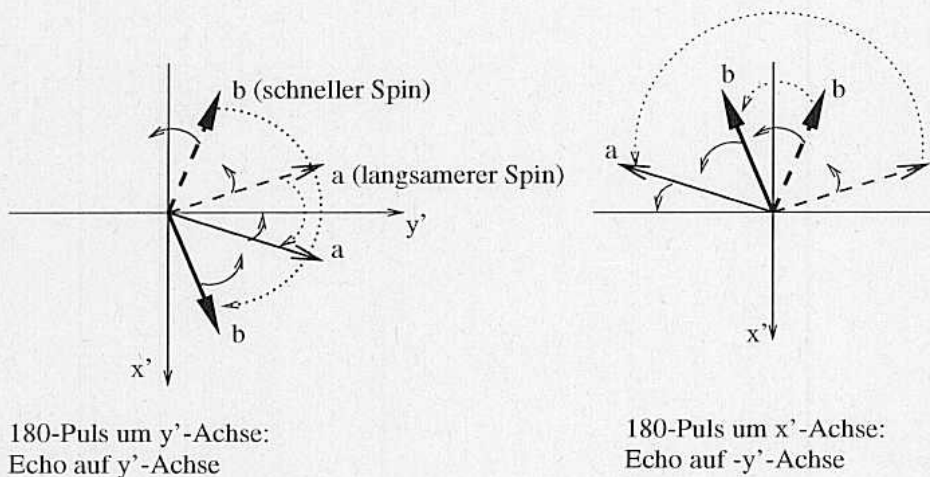
Weiterhin verursachen die Magnetfeldinhomogenitäten verschiedene Resonanzfrequenzen, abhängig vom Ort der Spins im Feld. Der Einfluß dieses makroskopischen Effekts auf den FID kann aber mit der Spin-Echo-Sequenz rückgängig gemacht werden.

Die gesamte Zeitkonstante berechnet sich deshalb wie folgt:

$$\frac{1}{T_2^*} = \frac{1}{T_2} + \frac{1}{T_2'}$$

Die Spin-Echo-Sequenz besteht prinzipiell aus einem  $90^\circ$ -Puls, einer Wartezeit  $\frac{TE}{2}$  und einem  $180^\circ$ -Puls. Nach weiteren  $\frac{TE}{2}$  erscheint das Echo. Zuerst klappt der  $90^\circ$ -Puls um die  $x'$ -Achse den Magnetisierungsvektor auf die  $y'$ -Achse. Die Spins dephasieren in der  $x'y'$ -Ebene. Das Anlegen eines  $180^\circ$ -Pulses in Richtung  $y'$  bewirkt eine Spiegelung der dephasierenden Spins an der  $y'$ -Achse, also eine Umkehrung des Drehsinns. Alle unterschiedlich schnellen Spins treffen sich wieder auf der  $y'$ -Achse zur Zeit TE, dann hat das Echo sein Maximum (siehe Abb. 5 links).

Ein  $180^\circ$ -Puls in Richtung  $x'$  bewirkt ein Klappen um die  $x'$ -Achse. Die Spins rephasieren nun auf der  $-y'$ -Achse (siehe Abb. 5 rechts).



**Abb 5:** Refokussierende Wirkung des  $180^\circ$ -Pulses in der Spin-Echo-Sequenz

Die Dephasierung wegen der unterschiedlichen Resonanzfrequenzen im inhomogenen Magnetfeld wird also rückgängig gemacht, die Einhüllende der Maxima von aufeinanderfolgenden Echos (nach aufeinanderfolgenden  $180^\circ$ -Pulsen) fällt nun nur noch mit  $T_2$  ab.

Auch eine  $\alpha, \beta$ -Pulsfolge ( $\alpha \neq 90^\circ, \beta \neq 180^\circ$ ) erzeugt ein Echo! Dies läßt sich wie folgt erklären (siehe Abb. 6):



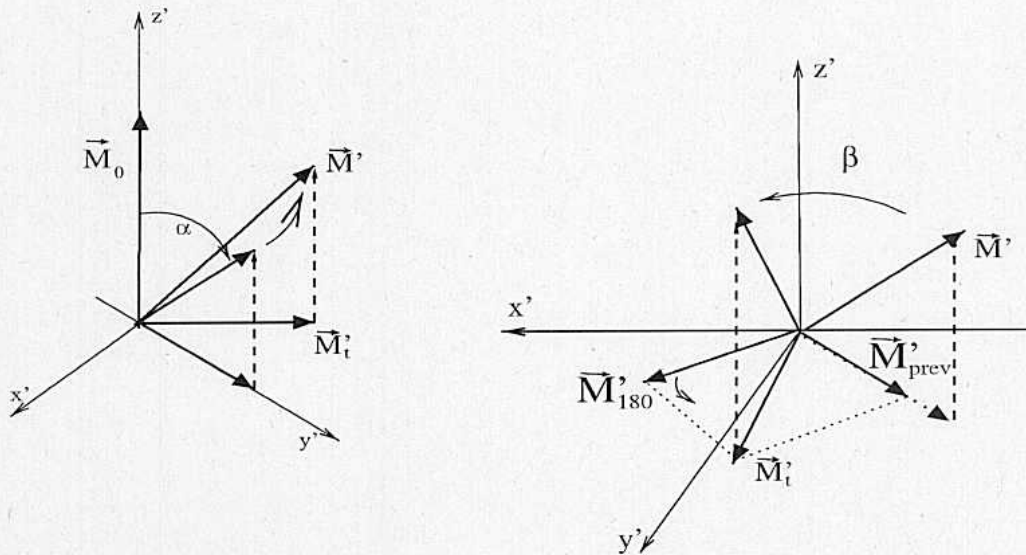


Abb 6: Eine  $\alpha_x, \beta_y$ -Pulsfolge erzeugt ein Echo auf der  $y'$ -Achse.

Der erste Puls rotiert  $\vec{M}'_0$  um den Winkel  $\alpha$  um die  $x'$ -Achse. Die Projektion von  $\vec{M}'$  in die  $x'y'$ -Ebene – der Vektor  $\vec{M}'_t$  – präzediert in der  $x'y'$ -Ebene.

Der zweite Puls dreht  $\vec{M}'$  um den Winkel  $\beta$  um die  $y'$ -Achse.  $\vec{M}'_t$  nach dem  $\beta$ -Puls läßt sich als Vektoraddition darstellen:

$$\vec{M}'_{\beta} = \vec{M}'_{prev} + \vec{M}'_{180^{\circ}}$$

$\vec{M}'_{180^{\circ}}$  entspricht der Komponente, die nach einem  $180^{\circ}$ -Puls um die  $y'$ -Achse entsteht, während  $\vec{M}'_{prev}$  die Komponente ist, die vom Puls unbeeinflusst ist. Da erste Komponente läuft zurück zur  $y'$ -Achse und produziert dort ein Echo. Im  $\beta$ -Puls steckt also ein  $180^{\circ}$ -Puls, der auf einen Teil der Magnetisierung wirkt.

Eine allgemeine Spin-Echo-Sequenz mit Pulsen um die Winkel  $\alpha, \beta$  statt  $90^{\circ}, 180^{\circ}$  erzeugt also eine Überlagerung von zwei FIDs mit Anfangsamplituden  $\sin \alpha$  bzw.  $\sin \beta$  und einem Echo, wie in Abb. 7 zu sehen ist. Insgesamt sieht man ein verzerrtes Echo. Dessen Maximalamplitude  $A_{max}$  ergibt sich zu:

$$A_{max} \propto \sin \alpha \sin^2 \frac{\beta}{2}$$

Beim Spin-Echo in der Spektroskopie muß man aufpassen, daß man sich nicht zu große Signalverluste einhandelt:

- Bei Substanzen mit einer kurzen  $T_2$ -Zeit kann das Signal in der notwendigen Echozeit schon beträchtlich abnehmen.

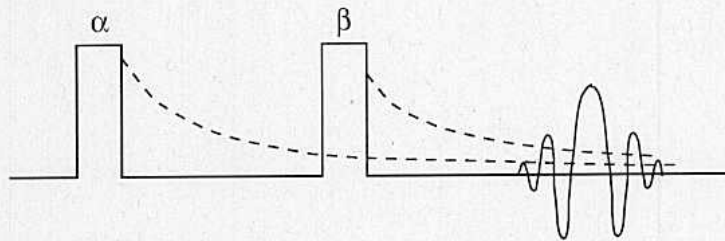


Abb 7: FID-Anteile (gestrichelte Einhüllende) und Echo-Anteil einer  $\alpha, \beta$ -Pulssequenz

- Hat man Fluß oder Diffusion, so erfahren die Spins in der Echozeit Magnetfeldinhomogenitäten, da sie sich innerhalb des räumlich nicht exakt homogenes Feldes bewegen. Die dadurch bedingte Dephasierung ist irreversibel und kann vom  $180^\circ$ -Puls nicht rückgängig gemacht werden.

### 2.3 Selektive Pulse

Die spektrale Anregungsbreite eines Rechteckpulses ist:

$$\Delta f \approx \frac{1}{\tau}$$

mit der Pulsdauer  $\tau$ .

Um eine Bandbreite von beispielsweise 50Hz zu erhalten, muß man  $\tau = 20ms$  lang einstrahlen.

Wie selektiv ist nun ein langer, schwacher Puls, d.h. wie ist sein off-resonance Verhalten? Hierzu muß man wieder  $\vec{B}'_{eff}$  betrachten. Die Magnetisierung umläuft  $\vec{B}'_{eff}$  auf einem Kegel, dessen Öffnungswinkel der max. Auslenkungswinkel abhängig von  $B'_z$  und  $B'_1$  ist (siehe Abb. 8 links). Je stärker der Puls, also  $B'_1$ , ist, umso größer ist die Auslenkung auch im off-resonanten Fall, umso weniger frequenzselektiv ist der Puls. Die Selektivität ist somit abhängig von  $\tau$  und  $B_1$ .

Die Fouriertransformierte der Funktion  $\text{sinc}x := \frac{\sin x}{x}$  ist ein Rechteck. Ein Puls mit einer sinc-Funktion als Einhüllende in der Zeitdomäne (das nennt man einen Soft-Puls) ergibt also ein scharfes Rechteck als Anregungsprofil im Frequenzraum (siehe Abb. 9 links), das wäre ein idealer selektiver Puls mit einer gewissen Bandbreite  $\Delta f$ . Ein gaußförmiger Anregungspuls (eine andere Art von Soft-Puls) ergibt fouriertransformiert ein gaußförmiges Anregungsprofil in der Frequenzdomäne (siehe Abb. 9 rechts). Das gilt aber nur für 'kleine' Anregungswinkel ( $\leq 90^\circ$ )!

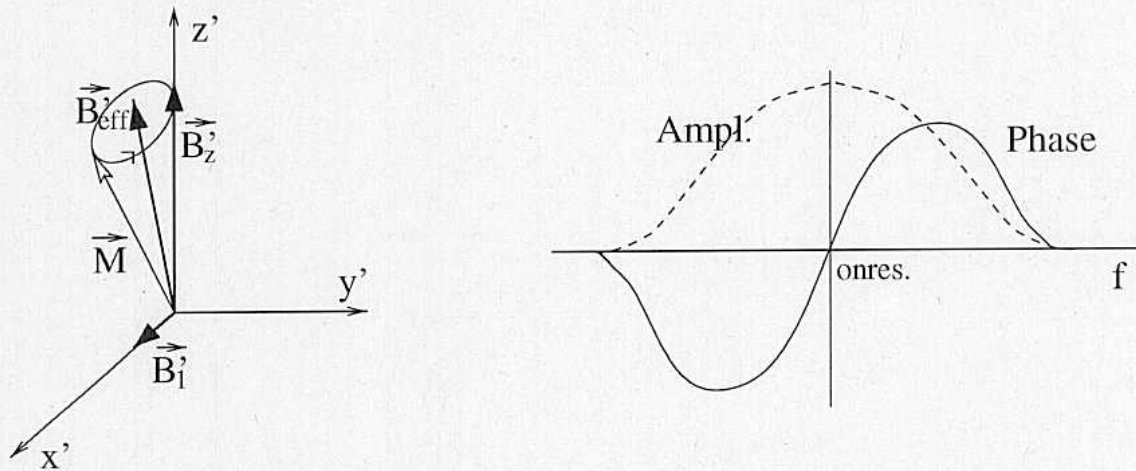


Abb 8: rechts: Auslenkung der Magnetisierung durch einen schwachen Puls; links: Abhängigkeit der Amplitude und Phase der Spins in Abh. vom Offset der Resonanzfrequenz von der Einstrahlungsfrequenz

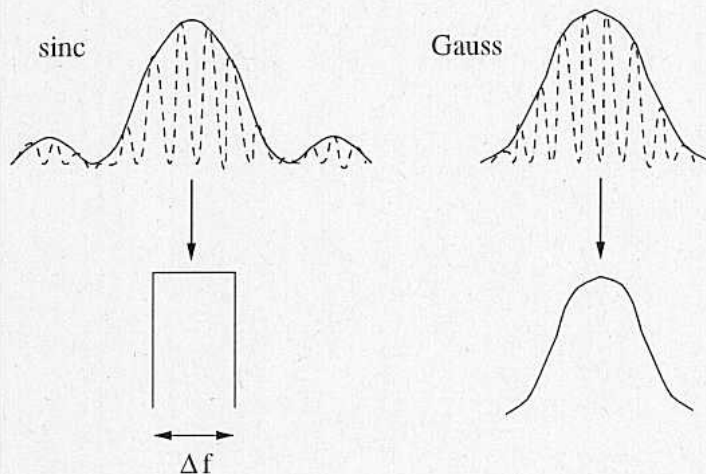


Abb 9: Aussehen von sinc- und Gauß-Puls in der Zeitdomäne und ihre Anregungsprofile in der Frequenzdomäne

Das liegt daran, daß die NMR im Gegensatz zur Fouriertransformation kein lineares System ist. Ein Anregungswinkel  $a \cdot \alpha$  ergibt als Antwort eine Signalhöhe von  $\sin(a \cdot \alpha) \neq a \cdot \sin \alpha$ , wie es im linearen Fall zu erwarten wäre! Für kleine Winkel ist die Linearität erfüllt ( $\sin x \approx x$ ), für große Winkel ergibt aber ein sinc-Puls keine ideale rechteckförmige Anregung mehr.

Nach einem  $90^\circ$ -Gaußpuls klappen die on-resonanten Spins auf die  $y'$ -Achse herunter, in diesem Fall ist die transversale Magnetisierung maximal. Off-resonante Spins werden nicht bis in die  $x'y'$ -Ebene gedreht, sie zeigen auch nicht in die  $y'$ -Richtung. Die Abhängigkeit der Phase der Spins von ihrer Frequenz ist daher sinusähnlich, die

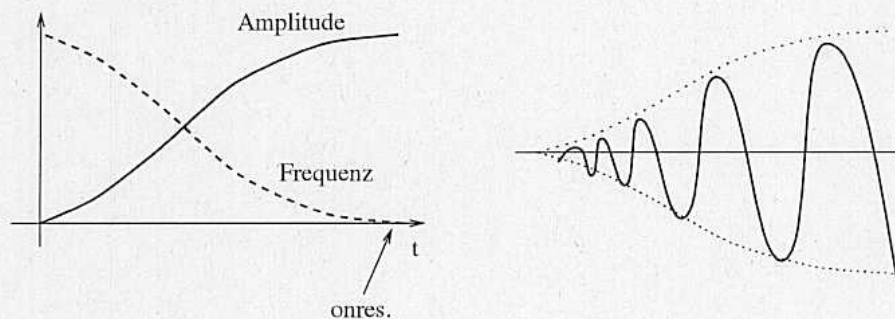
Amplitudenverteilung gaußförmig (siehe Abb. 8 rechts).

## 2.4 Adiabatische Pulse

Eine  $B'_1$ -Inhomogenität ist leider nicht ganz zu vermeiden (insbesondere nicht bei Oberflächenspulen), daraus resultieren inhomogene Drehwinkel. Man wünscht sich Pulssequenzen, deren Anregungswinkel unabhängig von  $B'_1$  ist.

Die Idee ist nun folgende:  $\vec{B}'_1$  wird zuerst in Richtung  $z'$  gelegt, dann dreht man  $\vec{B}'_1$  langsam auf die  $x'$ -Achse runter. Die Spins rotieren um  $\vec{B}_{eff}$  und können sich nicht weit davon entfernen. Da  $\vec{B}'_1$  herunterklappt, bewegen sich auch  $\vec{B}_{eff}$  und damit auch die Spins auf die  $x'$ -Achse runter. Für ein inhomogenes  $B'_1$  präzedieren die Spins auf einer Ellipsoid- anstatt auf einer Kreisbahn um  $\vec{B}_{eff}$ , kommen aber genauso auf der  $x'$ -Achse an! Das Herunterklappen von  $B'_1$  erreicht man durch eine Änderung der Phase oder durch eine Änderung der Amplitude des HF-Pulses.

Ein Beispiel für einen adiabatischen Puls ist der sin/cos-Puls (Bendall *et al.*, 1986): Die Amplitude der x-Komponente des  $B_1$ -Feldes steigt sinusförmig an, die Frequenz sinkt vom off-resonance Wert sinusförmig auf den on-resonance Wert (siehe Abb. 10). Dann liegt  $\vec{B}'_1$  auf der  $x'$ -Achse, und es gilt wegen der On-Resonanz  $\vec{B}'_1 = \vec{B}_{eff}$ .



**Abb 10:** sin/cos-Puls: links: die Pulsamplitude steigt sinusförmig an, die Frequenz fällt sinusförmig auf den on-resonance Wert ab; rechts: zeitlicher Verlauf der Pulsform

Damit das alles funktioniert, muß die adiabatische Bedingung, d.h. langsame Rotation von  $\vec{B}'_1$ , eingehalten werden:

$$\dot{\alpha} < f_{off\ res}$$

mit der Drehgeschwindigkeit  $\dot{\alpha}$  und der anfänglichen off-resonance Frequenz  $f_{off\ res}$ .

## 3 Hardware, insbesondere AMX

### 3.1 Magnet und Spulen

Der Magnet ist supraleitend und nicht abschaltbar. Er wird mit flüssigem Helium auf seiner Betriebstemperatur kühl gehalten, flüssiger Stickstoff dient der Isolation. Regelmäßig einmal pro Woche wird Stickstoff nachgefüllt. Der Heliumstand wird einmal täglich automatisch gemessen, kann aber auch jederzeit nachgemessen werden. Da die Messung auf einer Widerstandsbestimmung beruht, sollte das nicht zu oft gemacht werden, da sonst das Helium erwärmt und verdampft wird. Der Heliumstand wird protokolliert. Abweichungen vom linearen Abfall deuten auf Wärmebrücken hin (plötzlicher Abfall). Nachgefüllt wird bei 50% Füllstand.

Druckluft dient einerseits als Lift für das Probenröhrchen aus dem Magneten, andererseits wird damit in der hochauflösenden Spektroskopie der Halter für das Reagenzglas (Spinner) in Rotation versetzt, um Magnetfeldinhomogenitäten wegzumitteln.

18 Shimpulen, die Magnetfeldgradienten in verschiedene Raumrichtungen erzeugen, dienen zum Homogenisieren des Magnetfeldes (Shimmen). Diese Prozedur findet von Hand vor jeder Messung statt. Die Gradientenspulen erzeugen die für die Bildgebung zur Ortskodierung notwendigen Magnetfeldgradienten in x-, y- und z-Richtung. Mit der HF-Spule werden die Spins angeregt. Sie dient auch zur Signaldetektion, da die relaxierende Magnetisierung in ihr eine Spannung induziert.

### 3.2 Pulsgeneration

Die Hochfrequenz für die Anregung wird vom Synthesizer PTS-250 generiert. Er produziert 250MHz bei einer Auflösung von 1Hz als kontinuierliches Signal. Für die für Protonen nötigen 500MHz wird ein Frequenzverdoppler nachgeschaltet. Die Pulse selbst werden mit der gewünschten Dauer, Form und Phase im Pulsmodulator erzeugt.

Im nachfolgenden Verstärker werden die Pulse auf bis zu 1kW Leistung gebracht. In der Praxis wird ein großer Dynamikbereich von unter 1W bis 50W ( $^1H$ -Kanal) benötigt. Deshalb besteht der Verstärker aus drei Einzelverstärkern, die im Pulsprogramm getrennt angesteuert werden können (thi =high, tho =low). Der  $^1H$ -Kanal (Ecoupler) ist nur für die Protonenfrequenz von 500MHz, der X-Kanal hat eine Bandbreite von 0-250 MHz.

Der Prozeß-Controller schickt nur Ein-/Aus-Signale an den Pulsmodulator und den Gradientenverstärker, dabei ist er genau echtzeitgesteuert. Beispielsweise gibt er das

Kommando, den nächsten Pulswert im Speicher zu verwenden. Zusammen mit der Temperaturkontrolle ist der Prozeß-Controller im Aspect 3000-Computer.

Die Schnittstelle zum Benutzer ist der X 32. Er lädt das Pulsprogramm in den Prozeß-Controller, hat dann aber nur noch Kontrollfunktion. Gibt es Schwierigkeiten, kann man mit `uxnmr -r` neu starten. Ist die Maschine abgestürzt, so muß man das System mit `powerdown -y` herunterfahren und den Reset-Knopf auf der CPU-Karte des X 32 betätigen. Neubooten erfolgt mit `u`. Für diese Prozedur braucht man aber das superuser password!

### 3.3 Signalverstärkung und -verarbeitung

Die Qualität des Signals wird durch die Verstärkerkette bestimmt, hier kommt zum Rauschen des Signals noch zusätzliches Rauschen von den Verstärkern. Ein Maß dafür ist die Rauschzahl, in die die Signal-zu-Rauschen-Verhältnisse (SNR) vor und nach der Verstärkerkette eingehen:

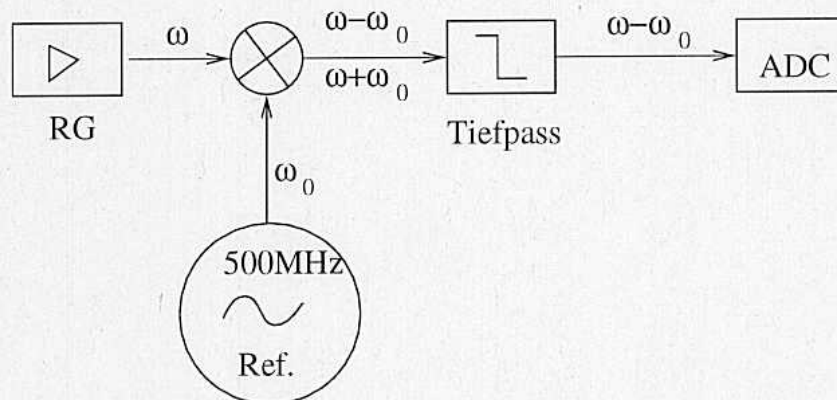
$$F = \frac{SNR_{aus}}{SNR_{ein}}$$

$F$  wird in dB angegeben. 3dB heißt, daß durch den Verstärker nochmal genausoviel Rauschen dazukommt. Erwünscht ist 1dB oder besser. Erreicht wird aber bei Protonen bloß 2dB, und bei Phosphor bloß 3dB.

Der Grad der Verstärkung wird über den Parameter RG (receiver gain) eingestellt. Er ist mit einem Lautstärkereger vergleichbar. Unempfindliche Kerne wie  $^{13}\text{C}$  mißt man bei ca.  $RG=8192$ ,  $^1\text{H}$  bei ca.  $RG=1$ .

#### 3.3.1 Phasensynchrone Detektion

Uns interessieren Signale aus einem ca. 10kHz schmalen Band (die Bandbreite bezeichnet man als Sweep-Weite SWH) um die Grundfrequenz  $\omega_0$  von 500MHz. Um das Signalband rauszufiltern, wird das Prinzip der phasensynchronen Detektion (Lock-In-Verstärker) angewandt. Man betrachtet das Signalband um die Differenzfrequenz  $\omega - \omega_0$ , d.h. man führt eine Koordinatentransformation ins rotierende Koordinatensystem durch. Dazu multipliziert man das Signal  $\sin \omega t$  mit der Referenz  $\sin \omega_0 t$  aus dem Frequenzgenerator (siehe Abb. 11). Die Multiplikation der beiden Sinusfunktionen ergibt gemäß den Additionstheoremen zwei Frequenzen  $\omega + \omega_0$  und  $\omega - \omega_0$ , wovon uns letztere interessiert.



**Abb 11:** Schaltbild für die phasensynchrone Detektion (Lock-In-Verstärker) mit Verstärker, Frequenz-generator, Tiefpaß und Analog-Digital-Wandler

$\omega + \omega_0$  wird mit einem Tiefpaß herausgefiltert, dessen Qualität auch wesentlich für das SNR ist. Ideal ist ein steiles Abfallen des Filterprofils an den Kanten, um das Rauschen loszuwerden. Da es aber kein ideal steiles Abfallen gibt, wählt man die Filterweite  $FW$  etwas größer als das Signalband ( $FW = 1.25 \times SWH$ ), dann wird aber Rauschen bei der Fouriertransformation (FT) in das Signal gefaltet.

### 3.3.2 Digitalisierung

Nach dem Tiefpaß wird das Signal digitalisiert. Es gibt zwei Typen von Analog-Digital-Wandlern (ADC) (einstellbar mit `digtyp`):

16 Bit Auflösung: BC 123-16,  $DW \geq 4\mu s$

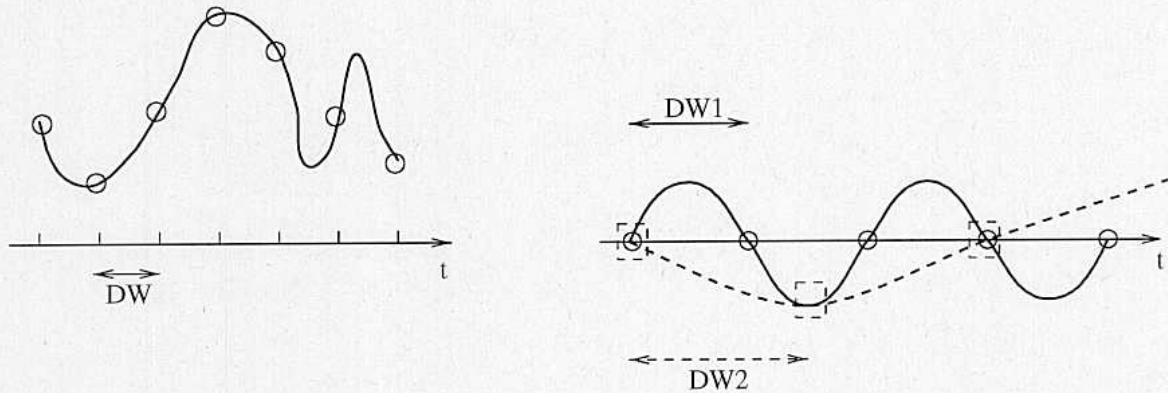
32 Bit Auflösung: BC 123-32,  $DW \geq 1\mu s$

Die dwell time  $DW$  gibt den Abstand zweier gesampleter Punkte in der Zeitdomäne an. Je kleiner  $DW$ , umso genauer ist die Abtastung, umso größer ist die Datenflut. Nach dem Shannon-Theorem hängt die max. auflösbare Frequenz von der Sweepweite  $SWH$  und somit auch von  $DW$  ab:

$$2\omega_{max} \leq SWH = \frac{1}{DW}$$

Ist die Samplingrate zu niedrig ( $DW$  zu groß), wie beispielsweise  $DW2$  in Abb. 12, dann erscheint die Frequenz zu klein, der Peak tritt im Spektrum bei einer zu niedrigen Frequenz auf (Aliasing).

Fehler beim Digitalisieren erzeugen das Digitalisierungsrauschen. Deswegen soll man den receiver gain  $RG$  so einstellen, daß das Signal den ganzen Bereich von 32 bits



**Abb 12:** Das Signal wird im zeitlichen Abstand von DW abgetastet. Wird DW zu groß gewählt ( $DW2 > DW1 = 1/2f$ ), dann wird dem Signal eine zu kleine Frequenz zugeordnet, was links gestrichelt angedeutet ist.

ausfüllt. Übersteuert man aber und schneidet das Signal oben ab, so gibt es Fehler bei der FT, und die Peaks haben Artefakte!

Für das minimale RG soll die Unsicherheit, die vom Digitalisieren kommt, kleiner sein als die Unsicherheit vom Rauschen (diese Einstellung ist nicht so kritisch). Die optimale Einstellung hat man, wenn das Rauschen weniger als 4 bit einnimmt und kein Signal abgeschnitten wird.

### 3.3.3 Quadraturdetektion

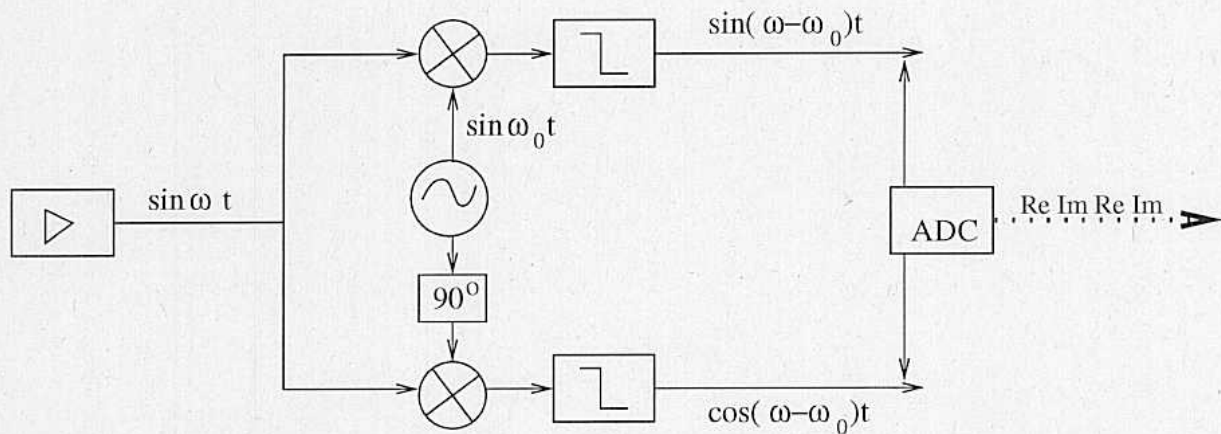
Quadraturdetektion ist nicht zu verwechseln mit Quadraturspulen!

Das NMR-Signal  $\sin \omega t$  wird ja mit der Referenz  $\sin \omega_0 t$  multipliziert, was die Differenz  $\sin(\omega - \omega_0)t$  ergibt. Bei der Quadraturdetektion wird nun zusätzlich die Referenz um  $90^\circ$  phasenverschoben (siehe Abb. 13). Das Signal wird auch mit diesem  $\cos \omega_0 t$  multipliziert. Neben  $\sin(\omega - \omega_0)t$  erhält man auch  $\cos(\omega - \omega_0)t$ , die man als Real- und Imaginärteil auffaßt.

Vorteil der Quadraturdetektion ist, daß jeweils das Rauschen von Real- und Imaginärteil nicht miteinander korreliert sind. Das entspricht der Mittelung von zwei Messungen, was einen SNR-Gewinn von  $\sqrt{2}$  bringt. Ein Phasenschieber von  $45^\circ$  statt  $90^\circ$  würde aber nichts bewirken, denn dann gäbe es Korrelation!

Die Multiplikation mit  $\cos \omega_0 t$  holt mehr Information aus dem Signal: Diejenigen Werte des Signals, die mit den Nullstellen von  $\sin \omega_0 t$  multipliziert werden, gehen so verloren. Werden sie aber mit  $\cos \omega_0 t$  multipliziert, so bleibt die Information erhalten. Deshalb entspricht die Quadraturdetektion zwei Messungen.





**Abb 13:** Schaltbild für die Quadraturdetektion mit Verstärker, Frequenzgenerator, Phasenschieber, Tiefpässen und einem Analog-Digital-Wandler

Der ADC tastet abwechselnd nach einer Zeit von  $DW/2$  Real- und Imaginärteil ab: Aufnahmemodus sequentielles Samplen ( $\text{aqmod}=\text{qseq}$ ). Achtung: Die Brukerdefinition ist  $DW := \frac{DW}{2}$ ,  $SWH := \frac{1}{2DW}$ ! Vorteil dieses Aufnahmemodus ist, daß Bruker nur einen teuren ADC einbauen muß (wie schon in Abb. 13 zu sehen ist).

Mit nur einem ADC ist aber auch das simultane Messen von Real- und Imaginärteil möglich mit Hilfe eines Sample/Hold-Schalters ( $\text{aqmod}=\text{qsim}$ ). Während der Realteil in den ADC weitergeleitet wird, speichert man gleichzeitig den Imaginärteil des Signals in einem Kondensator, dann wird der Imaginärteil aus dem Kondensator an den ADC weitergeleitet. In diesem Modus hat man weniger Schwierigkeiten bei der baseline correction und dem Multiplizieren mit einer Filterfunktion.

## 4 Signalbearbeitung

### 4.1 Artefakte im Spektrum

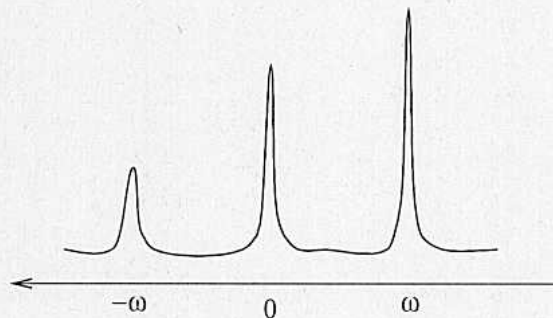
#### 4.1.1 Gleichspannungsoffset

Durch die Hardware wird die Referenzfrequenz ins Signal gestreut, denn Synthesizer (Volt-Bereich) und Receiver (nV-Bereich) arbeiten auf der gleichen Frequenz und sind räumlich benachbart. Wegen der phasensynchronen Detektion (Multiplikation mit  $\omega_0$  führt zu  $\omega_0 - \omega_0 = 0$ ) ergibt das einen Gleichspannungsanteil mit der Frequenz 0. Im Spektrum taucht also bei  $\omega = 0$  ein Peak auf (siehe Abb. 14).

Die Höhe des Gleichspannungs-/DC-Offsets kann man bestimmen, indem man getrennt für Real- und Imaginärteil das letzte Achtel vom FID betrachtet und dessen Wert mittelt.

#### 4.1.2 Quadraturfehler

In der Praxis sind die beiden Kanäle der Quadraturdetektion nicht exakt  $90^\circ$  phasenverschoben, oder die Signale aus den zwei Kanälen werden unterschiedlich verstärkt und sind daher nicht gleich hoch. Das erzeugt im Spektrum eine Spiegelung eines Peaks bei der Frequenz  $\omega$  am Nullpunkt, es taucht ein Extrapeak bei  $-\omega$  auf, wie in Abb. 14 zu sehen ist. Dieser wird nachträglich über Software rauskorrigiert.



**Abb 14:** Artefakte im Spektrum: Peak vom Gleichspannungsoffset bei 0Hz und gespiegelter Peak durch Quadraturfehler

#### 4.1.3 Wiggles

Das Integral bei der Fouriertransformation geht von  $t = -\infty$  bis  $+\infty$ , das bedeutet, man müsste theoretisch vom Urknall bis zum Jüngsten Gericht messen! In der Praxis ist

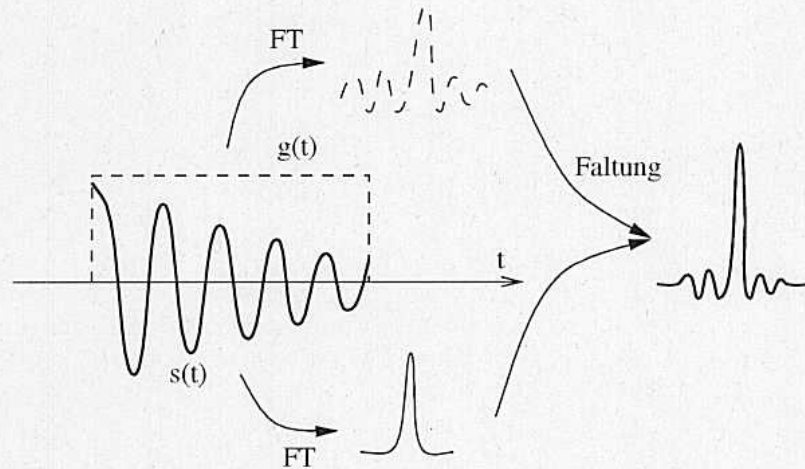
das Signal aber mit einer Rechteckfunktion  $g(t)$  multipliziert, d.h. es wird abgeschnitten: vor Beginn der Messung ist das Produkt 0, und nach Ende der Akquisitionszeit ist es auch wieder 0.

Für die FT bedeutet das:

Produkt in Zeitdomäne ergibt Faltung in Frequenzdomäne:

$$f(t) \times g(t) \longrightarrow F(\nu) \otimes G(\nu)$$

Im Spektrum ist der Peak mit der Fouriertransformierten einer Rechteckfunktion, einer sinc-Funktion, überlagert, es hat Wiggles (siehe Abb. 15).



**Abb 15:** Da das Signal abgeschnitten wird, d.h. mit einer Rechteckfunktion  $g(t)$  multipliziert wird, hat der Peak im Spektrum nach der FT Wiggles.

Durch das Abschneiden erzeugt man kaum Fehler (Wiggles), falls am Rand des Akquisitionsfensters das Signal auf 0 abgefallen ist.

Also man muß lange genug sampeln, z.B. bei einem Spin-Echo-Experiment das komplette Echo aufnehmen!

## 4.2 Filterfunktionen

Am Anfang des FID hat man viel Signal, d.h. Information, am Ende dagegen hauptsächlich Rauschen. Den ersten Teil sollte man daher in der Analyse stärker wichten als den letzten!

In der Praxis wird das dadurch realisiert, indem man das Signal mit seiner Einhüllenden als Filterfunktion multipliziert und somit den hinteren Signalteil wegdämpft. Einen

FID multipliziert man daher mit einer Exponentialfunktion. Multiplizieren in der Zeitdomäne erzeugt aber eine Faltung in der Frequenzdomäne, was die Signalbreite vergrößert.

Das Maß für die Stärke des Abfalls der Einhüllenden ist das line broadening LB, das in Hz angegeben wird. Das optimale SNR erhält man, wenn man LB gleich der Halbwertsbreite des Peaks im Spektrum setzt. Dann verdoppelt sich aber im gefilterten Spektrum die Linienbreite.

## 5 Phasenkorrektur

### 5.1 Phasenkorrektur 0. Ordnung

In der HF-Spule hat unser Signal noch eine feste Phasenbeziehung: nach einem Puls um die  $x'$ -Achse liegt  $\vec{M}$  auf der  $y'$ -Achse. Aber das Signal bewegt sich auf dem Koaxialkabel mit einer Geschwindigkeit von ca.  $2 \cdot 10^8 \frac{m}{s}$ , es hat also eine gewisse Laufzeit bis es zum phasensensitiven Detektor (PSD) gelangt.  $\vec{M}$  hat sich dann um einen Winkel  $\varphi$  weitergedreht. Durch die Phasenkorrektur wird nun diese Phasenverschiebung kompensiert, ansonsten wäre der dispersive Anteil ins Signal reingefaltet.

In Formeln:

Signal  $S(t)$  in der Spule:

$$S(t) = A \cdot e^{i\omega t} e^{-\frac{t}{T_2}}$$

Signal  $S(t)$  im PSD:

$$S(t) = A \cdot e^{i\omega t + i\varphi} e^{-\frac{t}{T_2}} = A \cdot e^{i\omega t} e^{i\varphi} e^{-\frac{t}{T_2}}$$

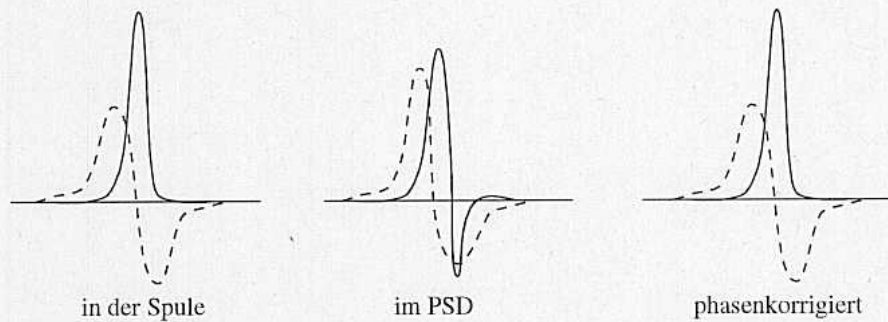
Durch die Phasenkorrektur wird ein Winkel  $\varphi_0$  eingeführt. Der wird variiert bis  $\varphi_0 = \varphi$ .

$$S(t) \cdot e^{-i\varphi_0} = A \cdot e^{i\omega t} e^{-i\varphi - i\varphi_0} e^{-\frac{t}{T_2}}$$

mit  $\varphi_0 = \varphi$ :

$$S(t) \cdot e^{-i\varphi_0} = A \cdot e^{i\omega t} e^{-\frac{t}{T_2}}$$

Praktischerweise kann die Phasenkorrektur auch nach der FT am Spektrum ausgeführt werden, da gilt:  $FT(aS(t)) = aFT(S(t))$ . Man variiert  $\varphi_0$  solange, bis der Peak im Spektrum keinen dispersiven Anteil mehr hat, wie in Abb. 16 gezeigt.



**Abb 16:** Realteil (durchgezogene Linie) und Imaginärteil (gestrichelte Linie) eines Peaks. Nach der Phasenkorrektur enthält der Imaginärteil den gesamten dispersiven Anteil

## 5.2 Magnitude Calculation

In der Bildgebung ist meist keine Phasenkorrektur nötig, da hier magnitude (MC) betrachtet wird. Dabei fällt die Phaseninformation raus.

$$MC = \sqrt{Re^2 + Im^2}$$

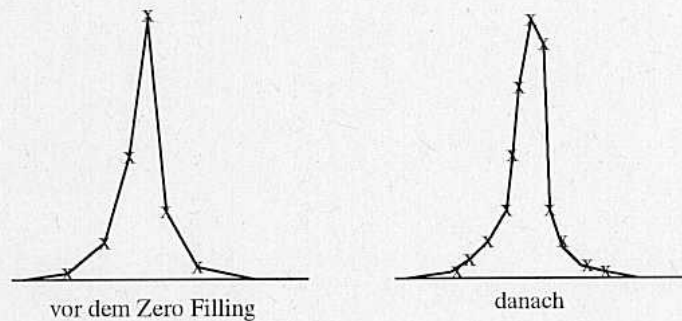
Bei einem Echo  $S(t) = A \cdot e^{i\omega t} e^{-\frac{|t-t_0|}{T_2}}$  hat man keine dispersive Linie, falls man das Echo rechts und links weit genug aufnimmt, bis das Signal auf 0 abgefallen ist. Hier hat man mit MC keinen Nachteil, da der Imaginärteil 0 ist.

Bei der Spektroskopie verwendet man MC nur, wenn man große Schwierigkeiten mit der Phasenkorrektur hat. Mit MC erhält man auch hier die Information, die im Imaginärteil steckt, aber man vergrößert die Linienbreite. Die Betrachtung von Real- und Imaginärteil bringt einen Gewinn von  $\sqrt{2}$  im Signal/Rausch-Verhältnis.

## 5.3 Zero Filling

Die Zahl der Punkte im FID wird durch die time domain TD bestimmt. Mit TD=256 hat man (bei Bruker) 128 re. und 128 imag. Punkte, das ist auch die Anzahl der Punkte im Spektrum nach der FT. Der Parameter SI gibt die Zahl der re. (bzw. imag.) Punkte nach der FT an. Setzt man TD=SI=256, so werden automatisch 128 Nullen an den FID angehängt, es wurde einmal zero filling gemacht. Tut man das mehrmals (durch Verdoppeln von SI), so erhöht man die digitale Auflösung. Einmal zero filling sollte selbstverständlich sein!

Zero filling bewirkt eine Fourierinterpolation zwischen gesampelten Punkten (siehe Abb. 17), also eine Glättung der Peaks. Das bringt keine neue Information, sondern



**Abb 17:** Nach einmal Zero Filling wird der Peak durch doppelt so viele Punkte dargestellt

nur eine Sichtbarmachung von schon im Signal enthaltener Information.

## 5.4 Phasenkorrektur 1. Ordnung

Nun betrachtet man ein Signal aus 3 Resonanzlinien:

$$S(t) = \sum_{j=1}^3 A_j \cdot e^{i(\omega_j t + \varphi_0 + \omega_j \tau)} e^{-\frac{t}{T_{2,j}}}$$

wobei  $\tau$  die Pulsdauer und die Zeit zwischen Pulsende und Beginn der Akquisition berücksichtigt.

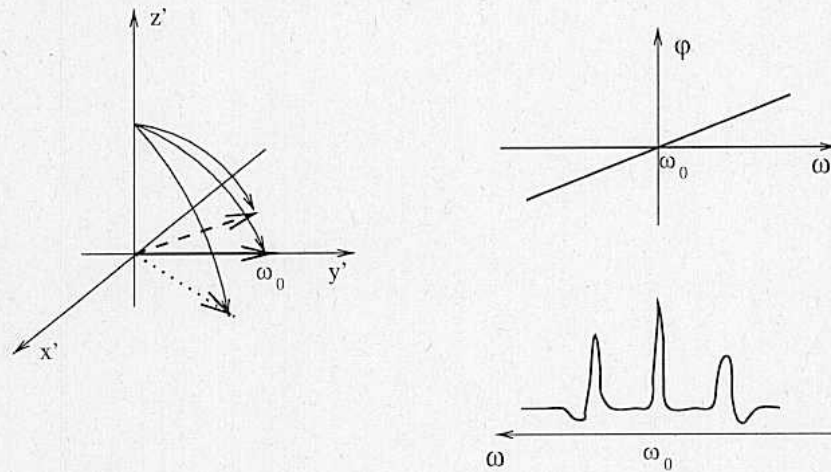
Bedingt durch diese endliche Pulsdauer  $\tau$  entsteht eine von der Resonanzfrequenz abhängige Phase  $\omega_j \tau$ , was sich nicht mit einer Phasenkorrektur 0. Ordnung korrigieren läßt. Wäre  $\tau = 0$ , dann hätte man keine Schwierigkeiten mit der Phasenkorrektur.

Auseinanderschneiden des Spektrums und eine Phasenkorrektur für jeden einzelnen Peak ist normalerweise nicht möglich, da sich Peaks überlappen.

Bei der Phasenkorrektur 1. Ordnung sucht man nun die Steigung für die Gerade  $\varphi(\omega) = \omega \tau$  (siehe Abb. 18). Man multipliziert das Signal mit  $e^{i\tau'\omega}$  und variiert  $\tau'$ .

Aber diese Operation in der Frequenzdomäne verschiebt in der Zeitdomäne den Ursprung: man fügt an den Anfang des FID Nullen.

Folgendes Beispiel zeigt, daß die Phasenkorrektur 1. Ordnung mitunter ziemlich groß werden kann: Wir betrachten eine kontinuierliche Verteilung von Resonanzen um  $\omega_0$  und führen ein Spin-Echo-Experiment durch. Die FT setzt den Beginn des Akquisitionsfensters auf  $t=0$ . Nach der Zeit  $\tau$  sind alle Spins gleichphasig, das ist die Echomitte.



**Abb 18:** Die endliche Pulsdauer bewirkt eine von der Resonanzfrequenz abhängige Phase (links), wobei die Phase  $\varphi$  linear von  $\omega$  abhängt (rechts oben). Eine Phasenkorrektur 0. Ordnung paßt nur für den Peak bei der Frequenz  $\omega_0$ , die anderen Peaks sind verzerrt (unten).

Im Signal taucht ein Phasenterm auf:

$$S_\omega(t) = A_\omega \cdot e^{i\omega\tau} e^{i\omega t}$$

Um das zu beheben, kann man entweder MC machen oder eine starke Phasenkorrektur 1. Ordnung: Ist  $\tau = n \cdot DW$ , so muß die Phase um  $n \cdot 2\pi$  korrigiert werden. Denn ein  $\tau$  in der Größe von der dwell time DW bewirkt in der Frequenzdomäne im Spektrum eine Phasenverschiebung von  $2\pi$  über die gesamte sweep width SW:

$$SW = \frac{1}{DW} \Rightarrow e^{i2\pi DW \cdot SW} = e^{i2\pi}$$

Die lineare Phasenkorrektur ist aber ansich falsch. Man müßte über die gesamte Breite eines Resonanzpeaks eine konstante Phasenkorrektur machen (siehe Abb. 19), da ein Peak eine Resonanzfrequenz hat, und die Linienbreite nicht von einer kontinuierlichen Frequenzverteilung herrührt. Infolgedessen wird als Artefakt dispersives Signal in die Resonanzlinie reingefalten.

Ein anderer Ansatz, um die Phasenverschiebung durch die Pulsdauer  $\tau$  zu korrigieren, ist das Extrapolieren von Punkten am Anfang des FID, die nicht gemessen werden können. Man schätzt also ab, wie der FID nach vorne in der Zeitspanne  $\tau$  fortzusetzen wäre. Die Schwierigkeit hier liegt darin, daß die ersten Punkte des FID die Basislinie im Spektrum festlegen; ein Fehler beim Extrapolieren bewirkt einen großen Fehler im Spektrum!

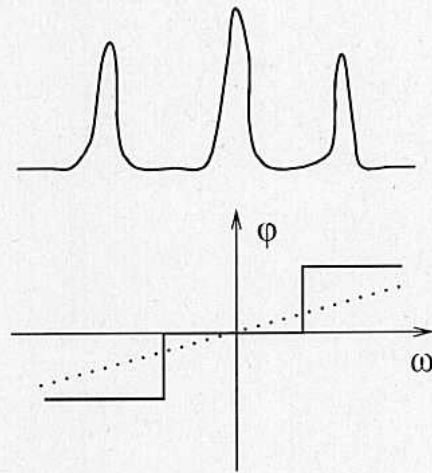


Abb 19: Eine korrekte Phasenkorrektur 1. Ordnung wäre nicht linear, sondern eine Stufenfunktion.

## 6 Phasenzyklen

Artefakte im Spektrum, die von den Hardwarefehlern DC-Offset und Quadraturfehler (siehe Kap. 4.1) herrühren, lassen sich mit Phasenzyklen im Pulsprogramm kompensieren.

Von Bruker vordefinierte Phasenzyklen sind im ACQP-Parameter PAPS eingetragen. Um diese auszuschalten setzt man PAPS auf cp (=cancel PAPS).

### 6.1 CYCLOPS

Regt man die Spins mit einer Pulsphase  $0^\circ(x)$  an und liest mit derselben Receiverphase  $0^\circ$  aus, so hat der FID -falls vorhanden- einen DC-Offset. Nimmt man nun einen FID auf, bei dem man nur die Pulsphase um  $180^\circ$  dreht, dann ist dieser im Vergleich zum ersten FID invertiert, ist aber genauso um den DC-Offset verschoben. Subtrahiert man danach die beiden FIDs voneinander, so hebt sich der DC-Offset weg (siehe Abb. 20 links). Hier hat der Phasenzyklus 2 Schritte:  $x, -x$ . Die Experimentdauer verdoppelt sich, da man 2 Scans aufnimmt.

Im Prinzip wird subtrahiert, indem man die Phase vom Receiver bei der 2. Aufnahme um  $180^\circ (-x)$  dreht, also einen invertierten FID aufnimmt, und den zum ersten dazu-addiert (siehe Abb. 20 Mitte). In der Praxis wird tatsächlich numerisch subtrahiert, indem man den ersten Datensatz auf Platte speichert und den zweiten davon abzieht.

Um zusätzlich noch Quadraturfehler zu beheben, braucht man einen Phasenzyklus mit 4 Schritten, was die Meßzeit vervierfacht.



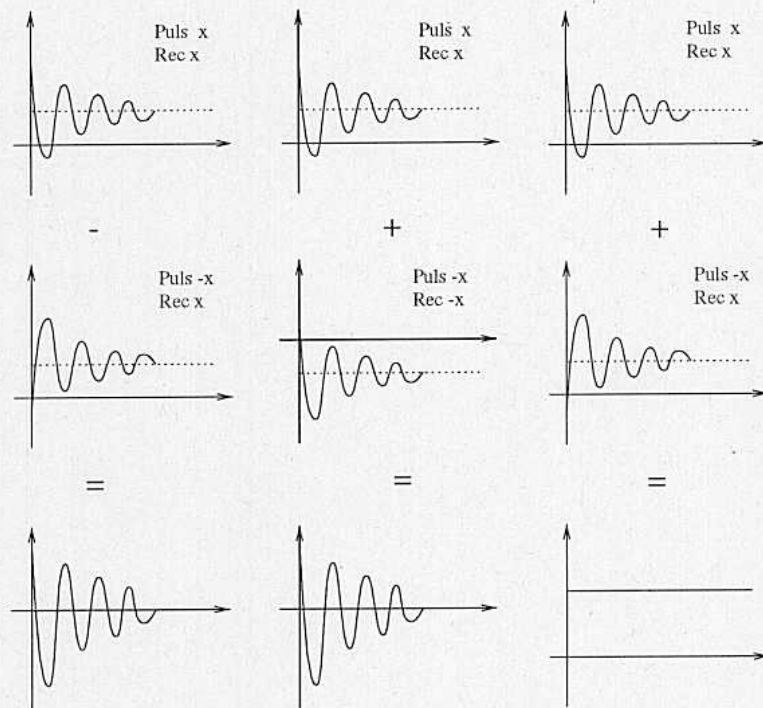


Abb 20: Auswirkungen eines Phasenzklus auf Signal und DC-Offset

Beim CYCLOPS (kreiert von D. Hoult) werden alle Puls- und Receiverphasen 4 mal um  $90^\circ$  gedreht:

Pulsphase	Receiverphase
x	x
y	y
-x	-x
-y	-y

Im Pulsprogramm sieht das folgendermaßen aus:

```

1p1   ph1
d1
p2   ph2
d1   ph0
go=1 ph31

```

...

```
ph1=0,1,2,3
```

ph31=0,1,2,3

...

ph1 ändert die Pulsphase wie in der vorletzten Zeile angegeben (erst  $0^\circ$ , dann  $90^\circ$ ,...) und zwar in jeder go=1-Schleife. ph31 bestimmt, mit welcher Phase das Signal in den Speicher geschrieben wird (auch wieder  $0^\circ$ , dann  $90^\circ$ ,...). Receiver und Puls haben stets dieselbe Phase, ansonsten würde sich das Signal beim Addieren wegheben (siehe Abb. 20 rechts). Puls- und Receiverphase y bedeutet, daß das Signal aus dem ersten Kanal des Receivers in den Speicher des zweiten Kanals geschrieben wird, so daß sich Quadraturfehler herausmitteln.

## 6.2 Fehlerbehebung bei der Prozessierung

### 6.2.1 Baseline Correction

Ein DC-Offset wird auch vor der FT mit einer baseline correction (bc) behoben. Falls am Ende des Signals keine Information mehr drinsteckt, sondern nur noch Rauschen, dann kann aus diesem Rauschpegel im letzten Achtel des FIDs der DC-Offset berechnet und subtrahiert werden. Das macht man aber nicht bei der Bildgebung, da dort Information verloren geht.

### 6.2.2 Quadratur Correction

Falls der Fehler bei der Quadraturdetektion bekannt ist, so kann man die Spiegelpeaks mit der Quadraturkorrektur qk, die bekannte Parameter verwendet, entfernen. Sind diese Parameter nicht bekannt, und hat man ein Sample mit einer starken Resonanzlinie, dann kann die Korrektur mit qc berechnet werden.

## 6.3 EXORCYCLE

Wie vorne im Kap. 2.2 schon erwähnt, erzeugt eine allgemeine Spin-Echo-Sequenz mit Pulsen um die Winkel  $\alpha, \beta$  statt idealen  $90^\circ, 180^\circ$  eine Überlagerung von zwei FIDs und einem Echo. Diese unerwünschten FIDs kann man mit dem EXORCYCLE entfernen. Der EXORCYCLE ist ein vierstufiger Zyklus für die Phasen vom  $90^\circ$ -,  $180^\circ$ -Puls und vom Receiver.

90°	180°	Rec.
x	x	x
x	-x	x
x	y	-x
x	-y	-x

Der  $\alpha$ -Puls-FID hebt sich durch die Kombination vom 1. mit dem 3. und vom 2. mit dem 4. Phasenschritt raus. Die Spins, die das Echo bilden, werden sowohl vom  $180^\circ(x)$  als auch vom  $180^\circ(-x)$ -Puls auf der  $-y'$ -Achse rephasiert, aber der FID vom  $'180^\circ'$ -Puls wird invertiert und subtrahiert sich somit weg. Die  $180^\circ(\pm x)$ -Pulse rephasieren die Spins auf der  $y'$ -Achse, deshalb wird die Receiverphase um  $180^\circ$  gedreht.

Kombiniert man den EXORCYCLE mit einem CYCLOPS, so muß man in jedem EXORCYCLE-Schritt alle Puls- und Receiverphasen 4 mal um  $90^\circ$  drehen, insgesamt ergeben sich 16 Scans.

90°	180°	Rec.
x	x	x
y	y	y
-x	-x	-x
-y	-y	-y
x	y	-x
y	-x	-y
-x	-y	x
-y	x	y
x	-x	x
...		
x	-y	-x
...		

Weil das die Meßzeit versechzehnfacht, gibt es noch verkürzte Phasenzyklen:

90°	180°	Rec.
x	x	x
y	x	-y
-x	x	-x
-y	x	y

Hier ist das Rezept, den  $180^\circ$ -Puls ersteinmal zu belassen, und die  $90^\circ$ - und die Receiverphase zu drehen. Zwischen dem  $90^\circ$ -Puls und dem Receiver gibt es nun alle möglichen Phasenbeziehungen, wodurch sich der  $90^\circ$ -FID weghebt; entsprechendes gilt auch für den  $180^\circ$ -Puls.

Das Problem dabei ist, daß sich die FIDs nicht vollständig rausheben, wenn ein Quadraturfehler vorliegt. Die FIDs, die in unterschiedlichen Phasenschritten aufgenommen wurden, sind dann nicht betragsmäßig gleich groß.

Zum Schluß noch ein zweistufiger Zyklus, durch den der DC-Offset (Invertieren der Receiverphase) und der  $180^\circ$ -Puls-FID (Phasenbeziehung  $180^\circ$ -Puls und Receiver) kompensiert werden:

$90^\circ$	$180^\circ$	Rec.
x	x	x
-x	x	-x

## 6.4 Gradienten als Spoiler

Auch in der reinen Spektroskopie verwendet man Gradienten in der Spin-Echo-Sequenz, um die unerwünschten FID-Anteile zum Verschwinden zu bringen. Vor und nach dem  $180^\circ$ -Puls schaltet man einen Gradienten (beide selbe Stärke), wie in Abb. 21 dargestellt. Dieser Spoiler/Crusher bewirkt durch die künstlich erzeugte Magnetfeldinhomogenität ein schnelles Dephasieren der beiden FID-Signale, was zu deren Auslöschung führt. Das Echosignal dagegen erfährt zwei Gradienten, wobei der zweite, da er nach dem  $180^\circ$ -Puls kommt, eine dem ersten genau entgegengesetzte Wirkung hat. Die dephasierten Spins werden also rephasiert, das Echo erscheint wie gehabt.

Damit das ganze funktioniert, müssen die beiden Gradientenpulse exakt gleich groß sein!

Ein EXORCYCLE ist nicht mehr nötig; um Quadraturfehler und den DC-Offset auszugleichen, verwendet man den CYCLOPS.

## 6.5 Phasenzyklen in der Bildgebung

Falls man in der Bildgebung keine Zeit hat, die Meßdauer zu vervielfachen, so kann man zumindest einen Alternate +/- Zyklus (zweistufiger Phasenzklus) verwenden, um den DC-Offset abzumildern. Betrachten wir ein 2D-Imaging, bei dem jeder FID einen DC-Offset hat. Nach der FT in beide Richtungen macht sich der Offset als großer Peak

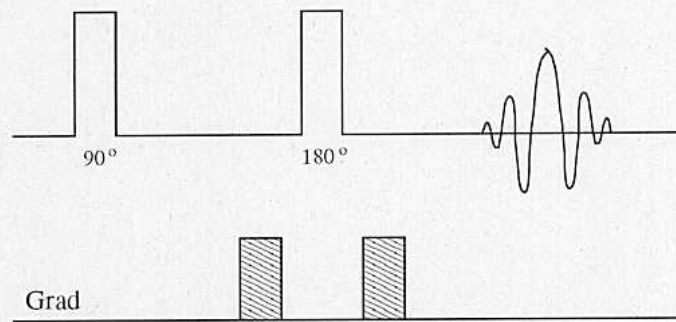


Abb 21: Spoilergradienten (schraffiert) in der Spin-Echo-Sequenz

in der Bildmitte bemerkbar, was einer Frequenz von 0Hz (und einer Phase von 0 in der Phasenkodierichtung) entspricht (siehe Abb. 22 oben).

Mit einer alternierenden Receiverphase springt der Datensatz in phase-Richtung zwischen 0 und  $\pi$  hin und her. Nach der FT in beide Richtungen hat man nun keinen einzelnen Peak in der Mitte, sondern 2 Peaks am Rand, was in der Frequenzrichtung immernoch 0Hz entspricht, aber in der Phasenrichtung 0 und  $\pi$ . Die wichtige Information in der Bildmitte wird nun nicht mehr überlagert (siehe Abb. 22 unten).

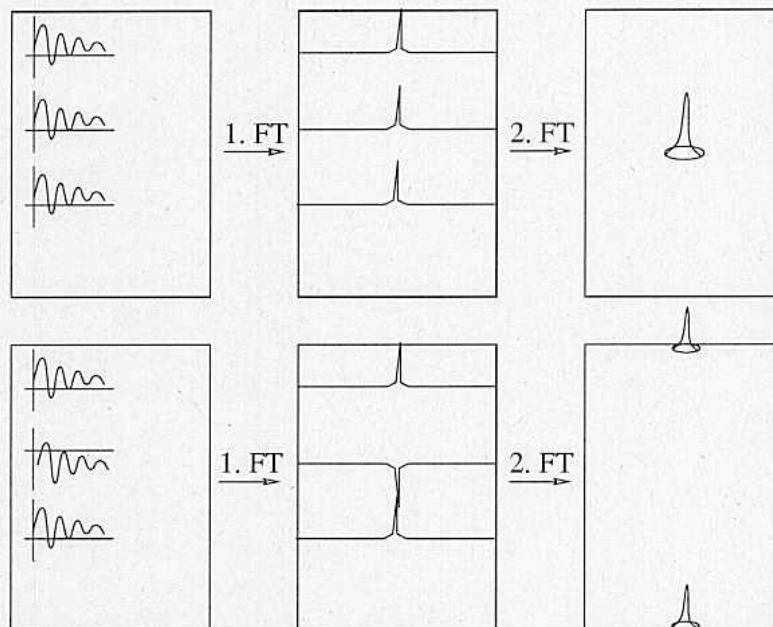


Abb 22: Auswirkungen eines DC-Offsets in der Bildgebung mit (unten) und ohne (oben) Alternation +/-

## 7 Gradienten

Die z-Gradientenspulen erzeugen ein  $\vec{B}$ -Feld, das parallel zur z-Achse weist und dessen Stärke mit wachsender z-Koordinate zunimmt. Eine x-Gradientenspule erzeugt nun ein Feld, das **auch parallel zur z-Achse** ist, dessen Stärke aber mit wachsender x-Koordinate zunimmt. Aber die Gradientenfelder haben, wie wir aus der Elektrodynamik wissen, nach  $\frac{\partial B_z}{\partial x} = \frac{\partial B_x}{\partial z}$  auch eine transversale (nicht in z-Richtung weisende) Komponente. Die ist zwar der Stärke nach klein gegen das statische Magnetfeld, aber sie induziert Wirbelströme.

Der Punkt, in dem alle Gradienten 0 sind, ist der Isocenter. Beim Einbauen des Gradientenrohres sollte man aufpassen, daß dessen Isocenter mit dem des Magneten (dem homogensten Punkt des statischen Feldes) zusammenfällt.

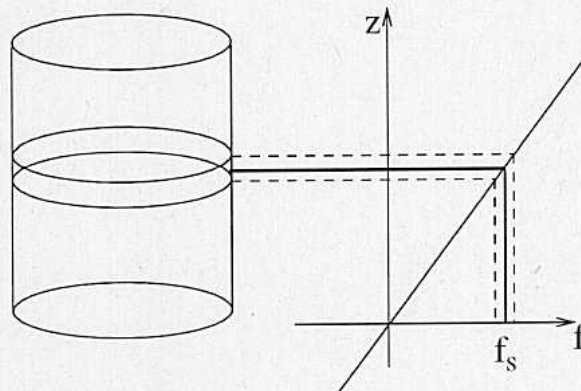
Gradienten verwendet man

- als Spoiler (siehe Kap. 6.4)
- zur Schichtselektion
- als Lesegradient
- zur Phasenkodierung

### 7.1 Schichtselektion

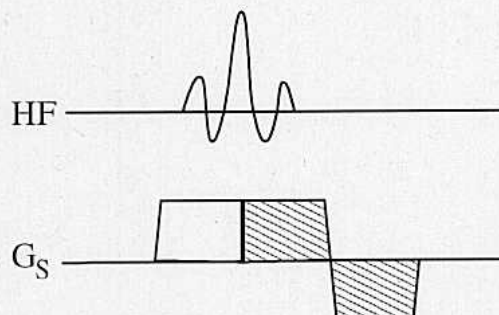
Um eine Schicht anzuregen, pulst man mit der Frequenz  $f_s$  mit einer Bandbreite  $\Delta f$  des Pulses, während ein Gradient  $G_z$  in z-Richtung (oder in einer anderen Richtung) geschaltet ist. Bei einem linearen Gradienten ist die Resonanzfrequenz für einen Spin direkt proportional zu seiner z-Koordinate. Wegen dieser Linearität ist die Schichtdicke  $\Delta z$  direkt proportional zu  $\Delta f$  (siehe Abb. 23). Hat beispielsweise der Anregungspuls 1kHz Breite, und die gewünschte Schichtdicke ist 1mm, dann braucht man einen Gradienten der Stärke  $1 \frac{\text{kHz}}{\text{mm}}$ . Die Lage der Schicht ist abhängig von  $f_s$ , um sie zu verschieben, muß man also  $f_s$  ändern.

Das Pulsprofil (die Einhüllende des anregenden Pulses) und das Schichtprofil sind über die FT miteinander verknüpft. Ein gaußförmiger Anregungspuls ergibt ein gaußförmiges Schichtprofil, ein sinc-Puls ein ziemlich rechteckiges. Es gibt auch Pulse, die auf die Nichtlinearität der NMR optimiert sind: Shinnar - Le Roux SLR. Um eine möglichst schmale Schicht zu erhalten, nimmt man frequenzselektive Pulse wie DANTE oder Binomialsequenzen.



**Abb 23:** Die Lage der im Objekt angeregten Schicht ist abh. von der Pulsfrequenz  $f_s$ , die Schichtbreite ist abh. von der Bandbreite des Pulses

Je nach Lage in der Schicht haben die Spins unterschiedliche Frequenzen und dephasieren daher nach dem Puls, was einen Signalverlust mit sich bringt. Wenn man die Spins wieder rephasiert, hat man ein höheres Signal. Deshalb legt man einen invertierten Gradienten an, um die reversible Dephasierung wieder rückgängig zu machen. Das Integral der Stärke des inv. Gradienten über der Zeit sollte (ca.) die Hälfte des Integrals des Schichtgradienten sein, wie in Abb. 24 dargestellt ist.



**Abb 24:** Schichtgradient und dazugehöriger invertierter Gradient zur Rephasierung der Spins

In der Praxis sind die Gradienten schwer zu kontrollieren. Man muß die Gradientenstärke so lange variieren, bis man maximales Signal hat (Trimmen). Das ist besonders bei schnellen Gradientenschaltungen wichtig.

Um zu sehen, was ein schichtselektiver Puls alles anregt, muß man das Schichtprofil ausmessen. Man legt einen Schichtgradienten während des Anregungspulses an, invertiert ihn und akquiriert das Signal, während man einen Lesegradienten in der selben Richtung schaltet (siehe Abb. 25). Nach der FT erhält man das Anregungsprofil in Abhängigkeit von der Frequenz, also (wegen der Linearität) vom Ort.

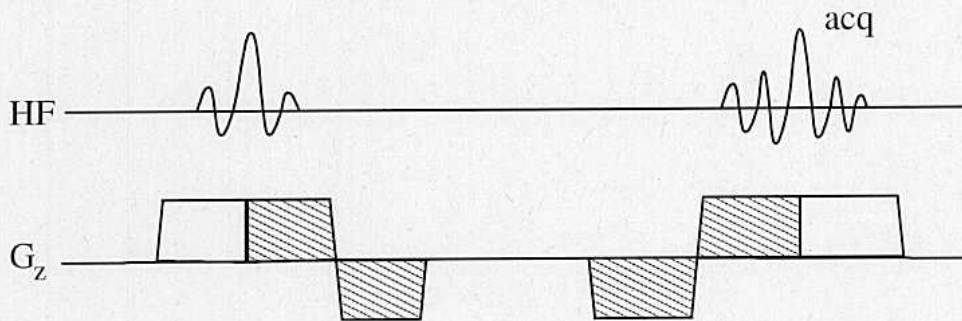


Abb 25: Pulssequenz zum Bestimmen des Schichtprofils

## 7.2 Lesegradient

Wir betrachten eine in x-Richtung ausgedehnte Probe. Legen wir einen Gradienten  $G_x$  an, so haben die Spins in der Probe eine von der x-Position abhängige Resonanzfrequenz. Den Lese-/Read-Gradienten legt man (wie der Name schon sagt) während der Akquisition an. Fouriertransformiert man den FID, so zeigt das Spektrum eine kontinuierliche Frequenzverteilung.

$$f(x) = \frac{\gamma}{2\pi} G_x x$$

Jede Frequenz entspricht einer x-Koordinate, und die Signalamplitude bei einer bestimmten Frequenz gibt Auskunft über die Anzahl der Spins mit der entsprechenden x-Position.

### 7.2.1 Projection Reconstruction

Bei der Projection Reconstruction-Bildgebungsmethode nach Lauterbur legt man Lesegradien in verschiedene Richtungen an. Aus den Profilen in den verschiedenen Richtungen (siehe Abb. 26) erhält man dann das komplette Bild (wie in der Computertomographie).

Diese Methode findet aber heute kaum noch Verwendung.

### 7.2.2 Gradientenecho

Die Gradientenecho-Sequenz wird beispielsweise in der schnellen Bildgebung bei FLASH eingesetzt. FLASH zeichnet sich durch kleine Anregungswinkel und eine kurze Repetitionszeit aus.



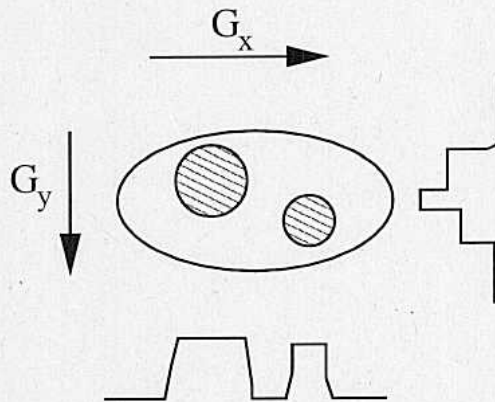


Abb 26: Projection Reconstruction mit Readgradienten in x- und y-Richtung

Beim Gradientenecho schaltet man nach dem Anregungspuls für eine Zeit  $t_i$  einen invertierten Gradienten in read-Richtung. Die Spins dephasieren während  $t_i$ . Dann schaltet man den Readgradienten. Die Spins sind wieder in Phase, falls gilt:

$$\int_0^{t_i} G_{Rinv}(t)dt = \int_{t_i}^{TE} G_R(t)dt$$

Zur Zeit TE erscheint also unser Echo (siehe Abb. 27). Das Akquisitionsfenster muß so gelegt werden, daß das Echo darin liegt!

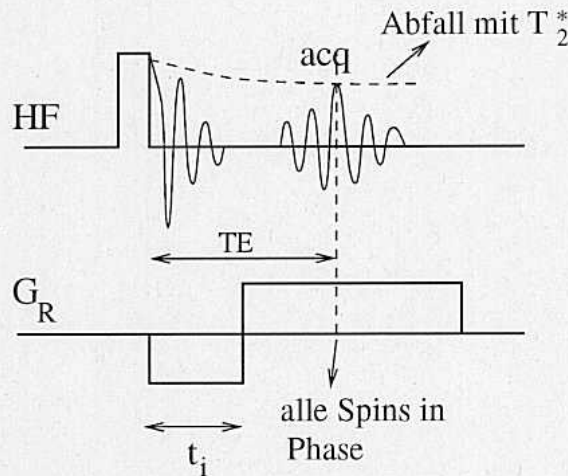


Abb 27: Gradientenecho-Pulssequenz

### 7.2.3 Berechnung von Gradientenstärken

Nun ein Zahlenbeispiel. Wir wollen bei  $f_0 = 500\text{MHz}$  ein Objekt mit Durchmesser 18mm mit einem field of view (FOV) von 20mm aufnehmen. Hat unser Bild  $128 \times 128$

Pixel, dann haben wir eine Auflösung von  $\Delta x = \frac{20\text{mm}}{128} = 180\mu\text{m}$ . Die Linienbreite LW unseres Signals sei 100Hz.

Für die Akquisitionszeit  $aq$  gilt aus der FT-Theorie:

$$aq \leq \frac{1}{\pi LW}$$

Optimale Empfindlichkeit erhält man für "=".

In unserem Beispiel erhalten wir:

$$\begin{aligned} aq &= \frac{1}{\pi \cdot 100\text{Hz}} = 3\text{ms} \\ DW &= \frac{aq}{N} = \frac{3\text{ms}}{128} = 25\mu\text{s} \\ SW &= \frac{1}{DW} = 40\text{kHz} \\ G_R &= \frac{40\text{kHz}}{20\text{mm}} = 2 \frac{\text{kHz}}{\text{mm}} \\ &\hat{=} 2 \frac{\text{kHz}}{\text{mm}} \cdot \left(42 \frac{\text{kHz}}{\text{mT}}\right)^{-1} = 50 \frac{\text{mT}}{\text{m}} \\ &= 7.6\% G_{max} = 7.6\% 660 \frac{\text{mT}}{\text{m}} \end{aligned}$$

Verwendet wurden folgende Werte für das AMX:

$$\frac{\gamma}{2\pi} = 42 \frac{\text{kHz}}{\text{mT}}$$

$$G_{max} = 660 \frac{\text{mT}}{\text{m}}$$

Die Gradientenstärke in den Akquisitionsparametern gibt man in Prozent der maximalen Gradientenstärke an.

Man kann es natürlich auch umgekehrt machen und zuerst die Gradientenstärke vorgeben, um daraus die Akquisitionszeit zu berechnen. Das macht man z.B. bei FLASH, wo man als Gradientenstärke die maximal mögliche vorgibt, um die minimal mögliche Akquisitionszeit zu erhalten. Aber man handelt sich Signalverlust ein, wenn nun gilt:

$$aq < \frac{1}{\pi LW}$$

Je kleiner LW ist, umso länger wird die Akquisitionsdauer, aber umso kleinere Gradientenstärken braucht man.

### 7.3 Phasengradienten

Die eine Richtung haben wir nun mit dem Readgradienten kodiert, für die andere Richtung (sie sei  $y$ ) brauchen wir einen Phasengradienten, dessen Stärke wir durchsteppen. Er liegt vor der Akquisition eine Zeit  $\tau$  an, z.B. während der Zeit, in der der invertierte Readgradient anliegt. Eine 3D-Bildgebungssequenz ist in Abb. 28 dargestellt.

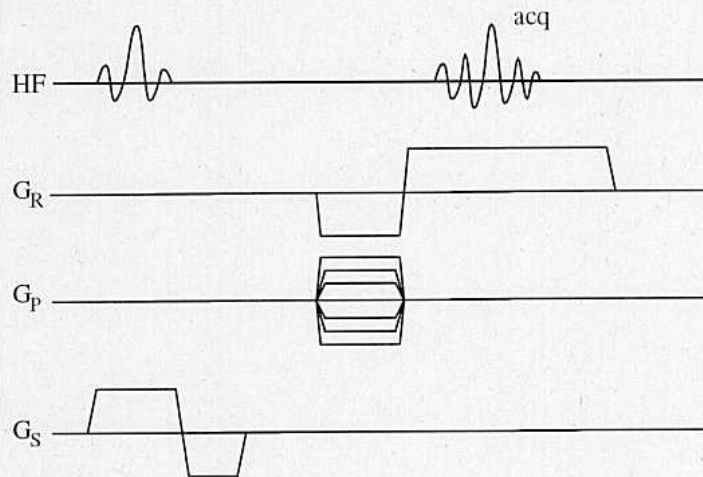


Abb 28: 3D-Bildgebungssequenz mit Gradientenecho und Schichtauswahl

Man nimmt erst ein Profil mit  $G_P = -G_{Pmax}$  auf, erhöht in z.B. 256 Schritten die Stärke bis  $+G_{Pmax}$  und hat schließlich 256 Profile aufgenommen, was eine Auflösung von 256 Pixeln in  $y$ -Richtung ergibt.

Die Phasenänderung wird umso stärker, je höher die angelegte Gradientenstärke ist, und je weiter der betrachtete Punkt vom Isocenter entfernt ist. Die Signalamplitude bei einer bestimmten Frequenz  $f$ , d.h. bei einer bestimmten  $x$ -Koordinate, ändert sich also bei jedem Phasenschritt (siehe Abb. 29).

In  $x$ -Richtung wird wie gehabt über die Frequenz fouriertransformiert. Diese 256 Profile werden in  $y$ -Richtung über die Phase fouriertransformiert, und man erhält das 2D-Bild (siehe Abb. 29).

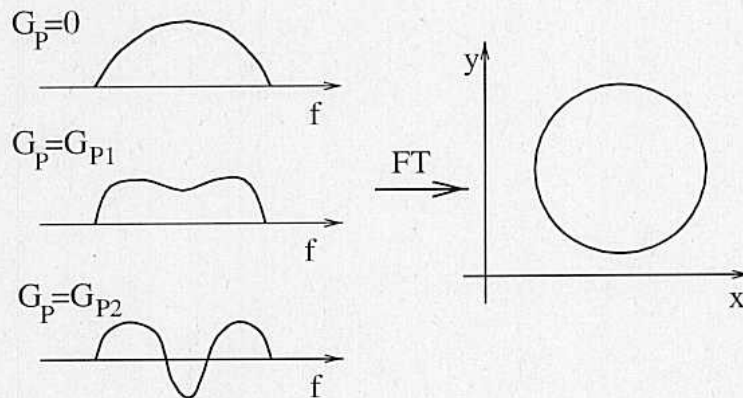
Die Fourierbildung in Formeln ausgedrückt:

Signalstärke  $S$ :

$$S(k_x, k_y) \propto \int \int \rho(x, y) e^{ik_y y} e^{ik_x x} dx dy$$

wobei:

$$k_y := \gamma \int_0^\tau G_y(t') dt' = \gamma G_y \tau \quad G_y = const$$



**Abb 29:** Nach der FT in x-/Read-Richtung werden die Profile noch in der y-/Phasen-Richtung fouriertransformiert, um das 2D-Bild zu erhalten.

$$k_x := \gamma G_x t$$

Spindichte  $\rho$ :

$$\rho(x, y) \propto \iint S(k_x, k_y) e^{-ik_y y} e^{-ik_x x} dk_x dk_y$$

## 7.4 Artefakte in der Bildgebung

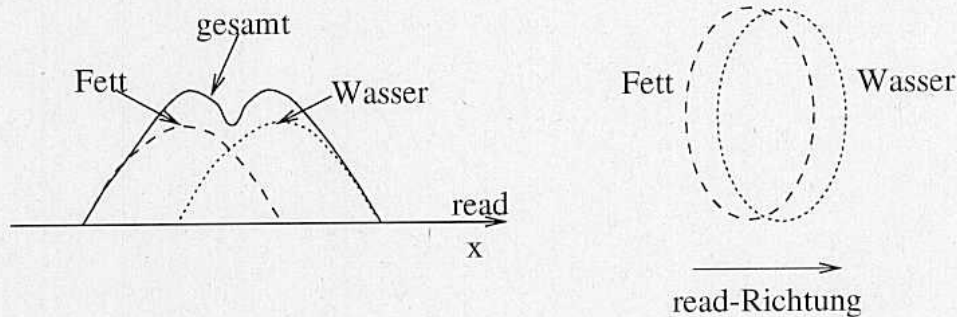
### 7.4.1 Chemical Shift Artefact

Hat man nur eine Spinspezies in der Probe, dann hängt die Frequenz nur vom Ort ab, das Bild nach der FT ist eindeutig. Hat man nun aber Wasser und Fett, deren Resonanzen 3.5 ppm auseinanderliegen, was am AMX 1.8 kHz entspricht, so sind das Fettbild und das Wasserbild ein paar Pixel voneinander verschoben (siehe Abb. 30). Zum Beispiel erscheint die Hautfettschicht bei Kopfbildern verschoben. Dieser Artefakt wird umso größer, je größer die chemische Verschiebung ist im Vergleich zur Frequenzverschiebung durch den Readgradienten ist, also je schwächer  $G_R$  ist!

Um diese Verschmierung zu verhindern, müssen die Fett- und die Wasserresonanz beide in einem Pixel liegen, das Pixel muß somit 1.8 kHz abdecken. Bei 128 Pixeln ergibt das eine Sweepweite von 200kHz, was wiederum eine hohe Gradientenstärke erfordert.

### 7.4.2 Suszeptibilitätsartefakte

Ist in der Probe eine Luftblase eingeschlossen, dann ändert sich dort das Magnetfeld wegen des Suszeptibilitätsunterschiedes. Das führt zu einem Frequenzunterschied und



**Abb 30:** Chemical Shift Artefact: Fettbild und Wasserbild sind in Read-Richtung voneinander verschoben

somit zu einer Bildverschiebung. Auch hier gilt, daß der Artefakt bei kleinen Gradientenstärken sich größer auswirkt. Um den Artefakt zu verhindern, muß ein Pixel den erzeugten Frequenzunterschied abdecken.

## 7.5 Spektroskopische Bildgebung

Bei der spektroskopischen Bildgebung möchte man sowohl eine Ortsinformation als auch eine Information über die chemische Verschiebung, d.h. aus jedem Voxel will man ein komplettes Spektrum. Das Signal muß man aber ohne einen Readgradienten aufnehmen, so daß die Frequenz nur vom chem. shift abhängt. Zur Ortskodierung legt man Phasengradienten in x- und y-Richtung an.

Die Phasenkodierung hat keinen chem. shift artefact:  $G_P$  liegt stets eine const. Zeit lang an, die Phasenverschiebung aufgrund des chem. shift ist in jedem Phasenkodierschritt gleich, hebt sich also bei der FT weg.

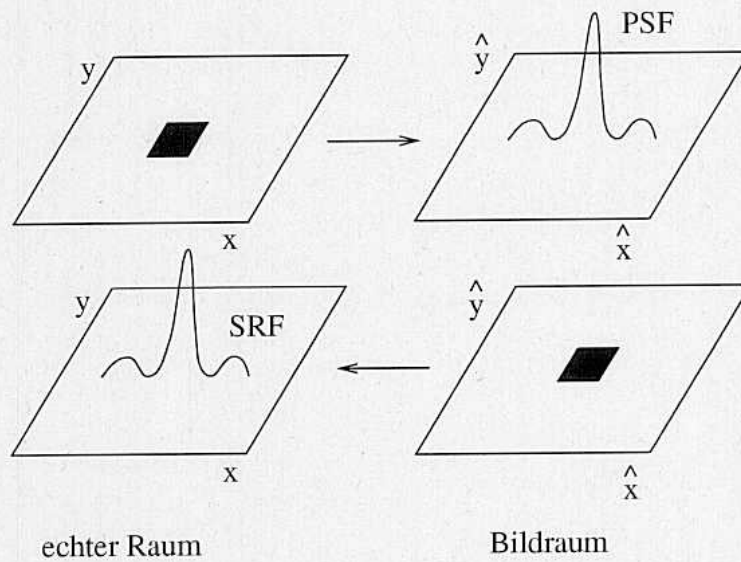
Alle Artefakte in der spekt. Bildgebung (chemical shift imaging, CSI) werden in der pointspread function (PSF) bzw. in der spatial response function (SRF) zusammengefaßt.

Die PSF gibt an, wie sich ein Punkt  $x$  im echten Raum über verschiedene Punkte  $\hat{x}$  im Bildraum verteilt. Die SRF gibt an, welche Punkte  $x$  im echten Raum zu einem Punkt  $\hat{x}$  im Bildraum beitragen (siehe Abb. 31).

Es gilt:

$$PSF(x - \hat{x})_{festes x} = SRF(x - \hat{x})_{festes \hat{x}}$$

Das aufgenommene Bild ist eine Faltung aus dem tatsächlichen Bild und der SRF:



**Abb 31:** Verdeutlichung der im echten Raum definierten SRF und der im Bildraum definierten PSF

Die Spindichte  $\hat{\rho}$  im Bildraum ist:

$$\begin{aligned}
 \hat{\rho}(x, \hat{x}, y, \hat{y}) &= \int \int S(k_x, k_y) e^{-ik_y \hat{y}} e^{-ik_x \hat{x}} dk_x dk_y \\
 &= \int \int \rho(x, y) e^{-ik_y y} e^{-ik_x x} e^{-ik_y \hat{y}} e^{-ik_x \hat{x}} dk_x dk_y
 \end{aligned}$$

Aus  $\hat{\rho}$  erhält man, je nach dem welche Variablen man festhält, die PSF oder die SRF.

Um in der CSI möglichst wenig Artefakte zu haben, d.h. eine gute PSF, sollte man

- den k-Raum möglichst symmetrisch aufnehmen, mit einer ungeraden ( $G_P = 0, \pm G_{P1}, \dots$ ) oder einer geraden Anzahl von Phasenschritten ( $G_P = \pm G_{P1}, \pm G_{P2}, \dots$ )
- die Mitte vom k-Raum stärker wichten (gewichtete CSI) und wiggles vom Rand rausfiltern

Alles klar?!