

**ESTUDIO DE LA DISTRIBUCIÓN
DE TENSIONES INTERNAS EN
MATERIALES GRANULARES CON ρ ISRC**
(Imágenes Selectivas por Resonancia Cuadrupolar Nuclear
en el sistema rotante)

Autor: Carlos D. Gallo

**Trabajo de tesis presentado ante la
Facultad de Matemáticas, Astronomía y Física
para optar al grado de Doctor en Física de la
UNIVERSIDAD NACIONAL DE CÓRDOBA**

Mayo, 2010

Director: Dr. Daniel J. Pusiol

A Sonia

y nuestros hijos Ernesto, Andrea y Pablo.

Sin duda forman parte de este trabajo.

Agradecimientos especiales

** A la Empresa SPINLOCK SRL por poner todo (todo) a disposición para realizar este trabajo.*

** A Lucas Cerione y Tristán Osan, por aportarme sus consejos en la corrección del manuscrito.*

** Al Dr. Daniel Pusiol por aceptar desafíos diferentes.*

Índice temático

Resumen.....	5
Introducción.....	6

Capítulo I: Planteo del problema (Pág. 9- 18)

1- Modelo KSHP.....	9
2- Verificación experimental del modelo KSHP- Rasgos esenciales de los resultados	16
3- ρ ISRC: un nuevo método para mapear la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular.....	16

Capítulo II: Imágenes en el sistema rotante por RCN de muestras con espín $I = 1$ (Pág. 19-32)

A- RCN con espín $I = 1$

1- Origen de la interacción cuadrupolar – Diferencias con la RMN.....	19
2- RCN con espín $I = 1$	20

B- Imágenes en el sistema rotante por RCN de muestras con espín $I = 1$

1- Posibilidad teórica.....	25
2- Una simulación.....	29
3- Obtención de imágenes rápidas con ρ RCN en muestras de espín $I = 1$.SEXI.....	30

Capítulo III: Arreglo experimental (Pág. 33-60)

Introducción.....	33
-------------------	----

A- Desarrollo y mejora de la performance de sensores tipo *Jaula de Pájaros* para ser utilizados en RCN.

1- Introducción.....	35
2- Sensores tipo Jaula de Pájaros.....	35
3- Sensores BJP perturbados.....	39
4- Método para optimizar Q en un sensor BJP perturbado.....	40
5- Resultados experimentales.....	43

B- Equipo experimental para la adquisición de señales y el tratamiento de datos.

1- Esquema del equipo de tomografía 1D para RCN.....	45
2- Q-damper.....	46
3- Driver de imágenes.....	49
4- Adaptación del tomógrafo a la prensa hidráulica.....	51

C- Demultiplexor de potencia

1- Introducción.....	54
2- Control del DP.....	55
3- Circuito.....	57
4- Resultados experimentales.....	57

Capítulo IV: Resultados experimentales (Pág. 61-81)

1- Imágenes con $I = 1$	61
2- Imágenes rápidas con $I = 1$ - SEXI.....	63
3- Relación de la frecuencia de RCN de la $C_6 H_{12} N_4$ con la presión.....	65
4- Efecto de ensanchamiento de la línea de RCN en una muestra granular al aplicarle presión externa a la muestra.....	68
5- Estudio de la distribución de tensiones internas en materiales granulares con ρ ISRC (Imágenes Selectivas por Resonancia Cuadrupolar Nuclear en el sistema rotante).....	71

Capítulo V: Relación entre los resultados obtenidos y las predicciones del modelo KSPH. (Pág. 82-89)

1- Análisis de los resultados obtenidos.....	82
2- Comparación con el modelo KSPH – Conclusiones.....	85

Conclusiones.....90

Anexo I: Algo mas sobre SU (3).....93

Anexo II: Análisis electromagnético del sensor.....96

Bibliografía:97

Resumen

En esta tesis se describe de manera teórica y experimental una nueva técnica para estudiar la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular comprimido, llamado ρ ISRC, Imágenes Selectivas en el sistema rotante por Resonancia Cuadrupolar Nuclear (RCN). Se comparan los resultados obtenidos al aplicar esta técnica experimental con los que surgen de las predicciones del modelo KSPH (*Kenkre, Scott, Peace y Hurd*) para describir dicha distribución de tensiones.

Se presenta un método de codificación posicional de la frecuencia de nutación en sistemas cuadrupolares con espín $I=1$ y se aplica el mismo teórica y experimentalmente como técnica de obtención de imágenes 1D primero, y luego de imágenes rápidas. Este desarrollo permite aplicar la técnica de ρ ISRC en 1D sobre un apilamiento granular de polvo de hexametilentetramina ($C_6 H_{12} N_4$) que contiene núcleos de ^{14}N , cuyo espín es $I = 1$.

Se reportan además distintos desarrollos tecnológicos innovadores de mejoras en el diseño de equipos para la experimentación en RCN, especialmente útiles para la aplicación de ρ ISRC en 1D-Fast (1dimensión con adquisición rápida de imágenes) y en 2D.

Introducción

Las motivaciones para realizar este trabajo de tesis son múltiples y se pueden encontrar en la siguiente lista,

1. El grupo de investigación en el cual se planteó la realización de este trabajo tiene una historia muy rica en el desarrollo de tecnología, formación de recursos humanos y práctica experimental alrededor de la generación de imágenes por Resonancia Cuadrupolar Nuclear (RCN).
2. La técnica de detección de sustancias por RCN es cada vez mas utilizada en distintas aplicaciones relacionadas tanto con la seguridad, como lo es en el caso de la detección de narcóticos y explosivos, como en el desarrollo tecnológico para el estudio de materiales en general.
3. Se presumía la posibilidad de poder avanzar en la utilización de la técnica de generación de imágenes en el sistema rotante por RCN para estudiar la distribución interna de tensiones creadas en un apilamiento granular comprimido, y poder comparar la aplicación del modelo KSPH escrito por **Kenkre, Scott, Peace y Hurd** [1,2] durante los años 2001 y 2002, con los resultados obtenidos experimentalmente con este nuevo método.
4. Se había avanzado con anterioridad a este trabajo en nuestro laboratorio en la obtención de imágenes por RCN de muestras que contienen sustancias con núcleos de espín 3/2, como por ejemplo de ^{35}Cl ; sin embargo no se había trabajado en muestras que contengan núcleos con espín 1, tales como el ^{14}N .
5. Las sustancias componentes tanto de los narcóticos como de los explosivos contienen importantes proporciones de núcleos de ^{14}N en sus moléculas...

Considerando estos puntos es que se pensó en realizar una prueba experimental sobre la utilidad de aplicar una técnica de imágenes con pulsos selectivos en el sistema rotante por RCN, técnica que se denominó en este trabajo ρISRC , para estudiar la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular de una sustancia que contenga núcleos de ^{14}N , como la hexametilentetramina ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$).

En el Capítulo I se introduce un estudio alrededor de los resultados del modelo KSPH sobre la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular comprimido, se describen las técnicas utilizadas hasta el momento para comprobar experimentalmente estos modelos y se detallan los rasgos esenciales que utiliza la nueva técnica propuesta, ρISRC , para realizar este estudio.

En el Capítulo II se realiza una descripción de la RCN y se compara la misma con la Resonancia Magnética Nuclear (RMN); luego se estudia desde un punto de vista teórico la RCN sobre muestras que contienen núcleos con espín 1, como el ^{14}N .

A continuación se analiza la posibilidad teórica de generar imágenes en el sistema rotante por RCN de muestras con núcleos atómicos con espín 1 y se realiza una simulación matemática de la misma.

Al finalizar el capítulo se explora la posibilidad de utilizar métodos rápidos de adquisición de imágenes, como SEXI (Single Experiment Imaging) en muestras con núcleos de espín 1.

Cuando se piensa en utilizar ρ ISRC como técnica, pueden concebirse aplicaciones de la misma en 1D (con imágenes en 1 dimensión), en 1D-fast (1D con adquisición rápida de imágenes) o en 2 y 3D (con imágenes en 2 y 3 dimensiones). En esta tesis se trabaja en 1D; sin embargo se avanzó en el desarrollo de aparatos, tecnología y métodos que faciliten el trabajo posterior de la aplicación de esta técnica tanto en 1D-fast como en 2D.

Así es que en el Capítulo III se presentan algunos aparatos y mejoras tecnológicas que permiten avanzar en este sentido. Se estudia en primera instancia el funcionamiento de las bobinas tipo jaula de pájaros (BJP) y una técnica de construcción de estos sensores que optimiza su factor de calidad Q y que prepara las BJP para ser utilizadas en experimentos de RCN. Este tipo de sensores, construidos con este método de Q optimizado, pueden ser utilizados para realizar experiencias de ρ ISRC en 2 y 3D.

A continuación se describe el Demultiplexor de Potencia, que es un aparato y un método de programación que sirve para poder realizar experimentos tanto de RMN como de RCN en los cuales se necesite excitar más de una bobina desde la misma secuencia de pulsos con un sólo transmisor de potencia y por lo tanto se utilizará para pensar la implementación de ρ ISRC en 1D-Fast. Luego se presenta el driver de imágenes, aparato destinado a facilitar la realización de ρ ISRC en 2D. A continuación se relata una adaptación especial para ser utilizada en esta experiencia que se hizo de un Q-damper ya existente (aparato que activado disminuye drásticamente el factor de calidad del sensor de transmisión-recepción) y finalmente se describe el equipo experimental diseñado y construido totalmente en nuestro laboratorio, con el cual se realizaron todos los experimentos como así también la forma y los dispositivos empleados en la adaptación del tomógrafo a una prensa hidráulica que sirvió para ejercer presión sobre el apilamiento granular.

En el Capítulo IV se describen los resultados experimentales obtenidos, tanto en lo referente a la adquisición de imágenes por RCN en muestras de espín 1 como los de la aplicación de la secuencia SEXI en este tipo de muestras. También se presentan los resultados experimentales que vinculan el corrimiento de la frecuencia de RCN de la hexametilentetramina en función de la presión aplicada a la muestra. Asimismo se describe el fenómeno de corrimiento y ensanchamiento de la línea de RCN de la hexametilentetramina cuando se le aplica una presión conocida a la muestra. Finalmente se reportan los resultados de medir la distribución de tensiones internas en un compacto granular cilíndrico de hexametilentetramina con ρ ISRC en 1D.

En el Capítulo V se realiza una comparación de los resultados obtenidos experimentalmente con la aplicación de ρ ISRC en el Capítulo IV y las predicciones realizadas por el modelo KSPH.

Finalmente se presentan las Conclusiones de este trabajo de tesis, y se describen las posibilidades futuras que se abren como resultado de esta investigación.

Capítulo I

Planteo del problema

1. Modelo KSPH (Kenkre, Scott, Peace y Hurd) [1,2]

Cuando se apilan granos, por ejemplo en un silo o cuando se observa una montaña de arena, o también cuando se tiene un polvo formando un montículo de pequeñas partículas, independientemente del tamaño y la forma de estos granos, estamos en presencia de lo que se da en llamar un apilamiento granular.

Si a este apilamiento granular se le da una forma determinada, por ejemplo cilíndrica, y se le aplica una presión externa, se conforma entonces un compacto granular y aparece una distribución de tensiones internas localizadas en distintas zonas del material.

Esta distribución de tensiones internas fue descrita en primera instancia a través de un modelo en el cual los granos se aproximan como todos esféricos e iguales, sin rozamiento entre si ni tampoco con las paredes del contenedor y transmiten la tensión a partir de la línea de contacto entre esferas, y forman todos juntos una red simétrica y repetitiva de esferas para todos lados iguales. Este esquema fue el adoptado por *Bouchaud et al* [3] para explicar su modelo sobre la distribución de tensiones en un material granular presionado. Tal hipótesis no alcanza para explicar todos los fenómenos que ocurren en un apilamiento granular comprimido, sin embargo una parte importante de estas suposiciones se cumplen y se comprobará más adelante en qué circunstancias.

Otro modelo para explicar lo mismo supone que el material se comporta siempre como un apilamiento de granos distintos unos de otros, tanto en forma como tamaño, con rozamiento entre ellos y también con las paredes del contenedor, que se ordenan de manera aleatoria y que reproducen alguna, también aleatoria, distribución de tensiones internas; este modelo es el que sustenta en su trabajo *Liu et al* [4]. Es necesario afirmar que varias conclusiones de este modelo se pueden comprobar en el comportamiento habitual de tales materiales, también bajo determinadas circunstancias.

En la actualidad se afirma que estos apilamientos mas bien están conformados por granos de tamaño y forma desigual entre si, que tienen un rozamiento no despreciable entre ellos y también con las paredes del contenedor, y que están acomodados de tal forma en la que parece ser que lo aleatorio juega definitivamente algún rol, tal como lo estudiaron *Kenkre, Scott, Peace y Hurd* [1,2] en su modelo KSPH sobre distribución de tensiones internas en un apilamiento granular comprimido.

El modelo KSPH relata, a partir de realizar un numero de suposiciones, algunas de ellas teóricas y otras con base experimental, de qué manera se distribuyen tales tensiones internamente y al mismo tiempo contiene a los modelos de *Bouchaud* y de *Liu* como resultados particulares del mismo.

Se estudiarán sucintamente algunos de sus postulados y resultados a la luz de algunas definiciones de la mecánica del continuo [5].

La mecánica del continuo es la parte de la física que se refiere a la interpretación, desde una visión puramente macroscópica, de una colección de partículas materiales infinitesimales, su movimiento en el tiempo y el espacio y las causas que lo originan. El concepto de tensión [5] (*stress*) es la médula de la mecánica del continuo. Es la única forma que ésta teoría tiene para especificar la interacción entre una parte de un cuerpo material con otra, en nuestro caso de unos granos con otros. La especificación del estado de tensión en un punto requiere de nueve números, ya que es un tensor de rango 2, (en ausencia de torque $\sigma_{x,y} = \sigma_{y,x}; \sigma_{x,z} = \sigma_{z,x}; \sigma_{y,z} = \sigma_{z,y}$),

$$\vec{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad 1.1$$

En un apilamiento granular de forma cilíndrica, se le llamará z a la coordenada del eje del cilindro y (x, y) a las coordenadas del plano circular del mismo. Cabe señalar que en un problema mecánico, a priori es difícil conocer el tensor tensión, ya que el mismo está definido sobre la geometría del cuerpo una vez deformado el mismo. Por lo tanto es necesario previamente verificar la forma del cuerpo deformado para conocer exactamente este tensor.

El tensor de tensiones tiene dimensiones de presión, se mide en pascales y se compone de la suma de dos tensores [5], el *tensor de tensiones de la viscosidad*, que expresa la parte que no se debe a la transferencia directa del impulso con la masa de fluido móvil (viscosidad, termodinámicamente irreversible) y de un *tensor que depende de las tensiones provocadas directamente* por la transferencia del impulso de la masa de fluido móvil. Tiene entonces una parte reversible y otra irreversible, vinculada fundamentalmente esta última a la viscosidad del material, o sea a los rozamientos.

Se denomina relación constitutiva [1,5] a la relación que existe entre las diferentes componentes del tensor de tensiones. Esta relación expresa las condiciones que se pretende cumplan las componentes del tensor entre si suponiendo un modelo a partir del cual se describe el fenómeno.

El modelo KSPH se basa para su desarrollo en la descripción de la mecánica del continuo de un apilamiento granular con una determinada relación constitutiva. Este modelo, en lugar de plantear una relación constitutiva en la cual la tensión sobre el eje z no depende de la variación de la tensión sobre los otros ejes, modelo que hasta ese momento fue el utilizado, plantea una relación constitutiva que justamente contempla la posible interdependencia entre los valores de tensiones internas según los diferentes

ejes. En diversos experimentos ya se había comprobado con anterioridad a esta suposición que tal posibilidad era necesario contemplarla [1,2].

Se trabajará en 2D (las dimensiones (x,z)) (Figura 1) en un apilamiento granular de forma cilíndrica, con condiciones de contorno que suponen que la tensión en los bordes del cilindro vaya decreciendo con el aumento de la profundidad, o sea de la coordenada z , situación que a través de diversos experimentos anteriores al desarrollo de este modelo se había comprobado [6-9]. En efecto, todas las mediciones realizadas hasta ese momento, que suponen una relación lineal entre la densidad de granos medida y la tensión localizada en la zona, son mediciones que se realizaron cortando el compacto granular una vez presionado y contabilizando la densidad de granos encontrada en cada zona del material [6-10], y todas describen que:

1. la tensión aplicada en la superficie superior, mas cercana al pistón que ejerce presión, no es constante y aumenta de un mínimo en el centro a un máximo en los bordes;
2. la tensión en el borde del cilindro disminuye con la profundidad z , medida z desde la superficie dónde la presión es aplicada;
3. la tensión a lo largo del eje del cilindro es una función no monótona de la profundidad z , con regiones bien definidas de tensiones altas y bajas.

Estos rasgos, que son comunes a observaciones hechas en una gran variedad de granos (con partículas de diversos tamaños, formas y composiciones) y sobre una amplia gama de presiones aplicadas (hasta 300MPa) proporcionan datos experimentales, así como una prueba de gran valor para los trabajos teóricos posteriores sobre la distribución de tensiones en materiales granulares compactados. Es de destacar que por las particularidades expuestas es muy importante conocer la forma funcional que adquiere $\sigma_{zz}(x,z)$ en un compacto y allí es donde radica el esfuerzo de los modelos que intentan describir el fenómeno.

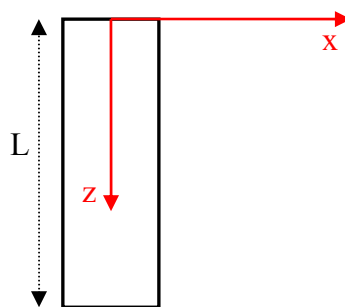


Figura 1.1

Fig.1.1: Se puede apreciar la disposición de las coordenadas respecto al apilamiento granular cilíndrico planteado.

Se supone, a partir de los datos experimentales relatados, condiciones de contorno que cumplan con: $\sigma_{zz}(x, z)|_{x=R} = p_0 \cdot h(z)$ donde p_0 es la presión aplicada en la cara superior del cilindro (tensión promedio), R es el radio del cilindro y $h(z)$ una función que varía con la profundidad del cilindro z , tomando la misma desde la cara en la cuál se le aplica presión al cilindro.

La ecuación solución al problema planteado se escribe de la forma [2]:

$$\sigma_{zz}(x, z) = \sum_k A_k \cdot G_k(z) \cdot \cos(kx)$$

de tal manera de que en los extremos, cuando $x = \pm R$ la tensión sea máxima

$$\left(k = \frac{m \cdot \pi}{R}, m = 0, 1, 2, 3, \dots \right).$$

Kenkre y col. plantearon el problema empleando un formalismo que utiliza ecuaciones integro-diferenciales del tipo Volterra y que incorpora una función de memoria de tipo espacial [11-14] (en lugar de temporal) que caracteriza la correlación espacial entre los granos. La ecuación planteada es del tipo

$$\sigma_{zz}(x, z) = D \cdot \int_0^z dz' \cdot \phi(z - z') \cdot \nabla^2 \sigma_{zz}(x, z') \quad 1.2$$

en la que $\phi(z - z')$ es la función de memoria relatada. Es importante observar que los distintos valores de tamaño y forma de los granos, así como la fricción entre ellos y el rozamiento con el contenedor ya están incorporados en este formalismo a través de la función memoria y del valor de D .

Para que $\sigma_{zz}(x, z)$ cumpla con la ecuación 1.2, entonces $G_k(z)$ toma la forma [1]

$$G_k(z) = g_k(z) - b_m \int_0^z dz' \cdot h(z - z') \cdot \frac{\partial g_k(z')}{\partial z'}, \text{ con } \begin{aligned} b_m &= \frac{p_0 \cdot a_m}{A_k} \\ a_m &= \frac{4 \cdot (-1)^m}{\pi(2m+1)}, m = 0, 1, 2, \dots \end{aligned}$$

1.3

La ecuación 1.3 se resuelve haciendo [1,2]

$$g_k(z) = e^{-(\alpha/2)z} \left[\cosh(\Omega_k z) + \frac{\alpha}{2\Omega_k} \cdot \sinh(\Omega_k z) \right]$$

$$\Omega_k = \sqrt{\frac{\alpha^2}{4} - c^2 k^2}$$

$$k = \frac{(2m+1)\pi}{2R}$$

$$m = 0, 1, 2, 3, \dots$$
1.4

Proponiendo una función del tipo

$$h(z) = \beta + [(3 - 2c_0) - \beta] \cdot e^{-\gamma z}$$

$$c_0 = \frac{p_0}{\sigma_{zz}(0, 0)}$$
1.5

tomada de los resultados experimentales descritos anteriormente, entonces

$$\sigma_{zz}(x, z) = p_0 \beta + \sum_k (A_k - p_0 a_m \beta) \cdot g_k(z) \cdot \cos(kx) +$$

$$+ p_0 [(3 - 2c_0) - \beta] \sum_k \frac{c^2 k^2 a_m}{(\gamma - \alpha/2)^2 - \Omega_k^2} \times$$

$$\times \left\{ e^{-\gamma z} - g_k(z) + \frac{\gamma}{\Omega_k} e^{-(\alpha/2)z} \sinh(\Omega_k \cdot z) \right\} \times \cos(kx)$$
1.6

Como conclusión de estos resultados se puede apreciar que,

1. Si $\frac{\alpha}{2} < (2m+1) \left(\frac{\pi c}{2R} \right)$ la solución es de tipo ondulatoria (solución tipo modelo de Bouchaud y col.) ya que

$$\Omega_k = \left[\sqrt{c^2 k^2 - \frac{\alpha^2}{4}} \right] . i \Rightarrow \sinh(\Omega_k . z) \propto \sin(|\Omega_k| . z) .$$

Esta solución es de tipo ondulatoria sobre el eje z (eje del cilindro compacto).

2. Si $\frac{\alpha}{2} > (2m+1) \left(\frac{c\pi}{2R} \right)$ la solución es del tipo difusiva (solución tipo modelo de Liu y col.).

Esto confirma, tal como se afirmara al principio, que el modelo KSPH incorpora a los modelos de Bouchaud [3] y de Liu [4] como situaciones particulares de un modelo mas general (en particular el de Bouchaud con $\alpha \rightarrow 0$ y el de Liu con $\alpha \rightarrow \infty$).

Se puede observar en la Figura 1.2 los resultados de dos experiencias con granos de forma y tamaño muy diferentes, comprimidos a presiones muy distintas, con datos obtenidos con el método de medición de densidad de granos comparadas con una distribución de tensiones calculadas con el modelo KSPH con los parámetros consignados en la Figura, no interesan entonces las diferencias referidas a los tamaños y formas de granos como a las presiones aplicadas que se utilizaron en diferentes experiencias para obtener resultados cualitativamente similares. Esta es justamente una de las conclusiones importantes de la aplicación de este modelo [2].

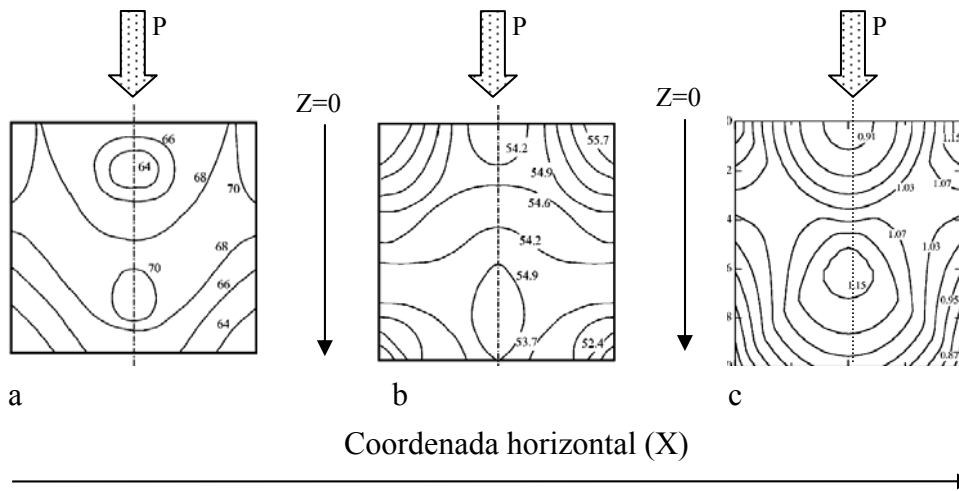


Figura 1.2

Fig. 1.2: Distribución de densidad de granos (los números son densidades de granos en porcentajes relativos) medidas luego de cortar un compacto cilíndrico de polvo de carbonato de magnesio a 200 (MPa) (parte “a” de la fig.; tomada de Train [9]) y polvo de aluminio a 38,6 (MPa) (parte “b” de la fig.; tomada de Aydin et al. [6]). La parte “c” de la Fig. es una distribución calculada con el modelo KSPH con los siguientes

parámetros $p_0 = 1; L = 1; \beta = 0,5; c = 1; \alpha = 1; \gamma = 0,8; c_0 = 0,9$ Hay que tener en cuenta para interpretar los gráficos que las líneas continuas son regiones de tensión constante y que el eje z está tomado de tal forma que la presión se aplica desde arriba de la figura, tal como lo indican las flechas.

En la Figura 1.3 se aprecian algunos de los resultados obtenidos al aplicar el modelo KSPH a un apilamiento cilíndrico granular compactado. Las líneas continuas significan regiones de tensión constante. La presión externa está siendo ejercida desde la cara en la que la profundidad $z = 0$.

Para resolver estas simulaciones se adoptaron los siguientes valores [2]

$$p_0 = 1,0; L = 1,0$$

$$\beta = 0,5; \gamma = 0,5$$

$$c_0 = 0,95$$

Con a) $c = 1,0$ b) $c = 1,0$ c) $c = 13,0$
 $\alpha = 0,0$ $\alpha = 2,0$ $\alpha = 1000$

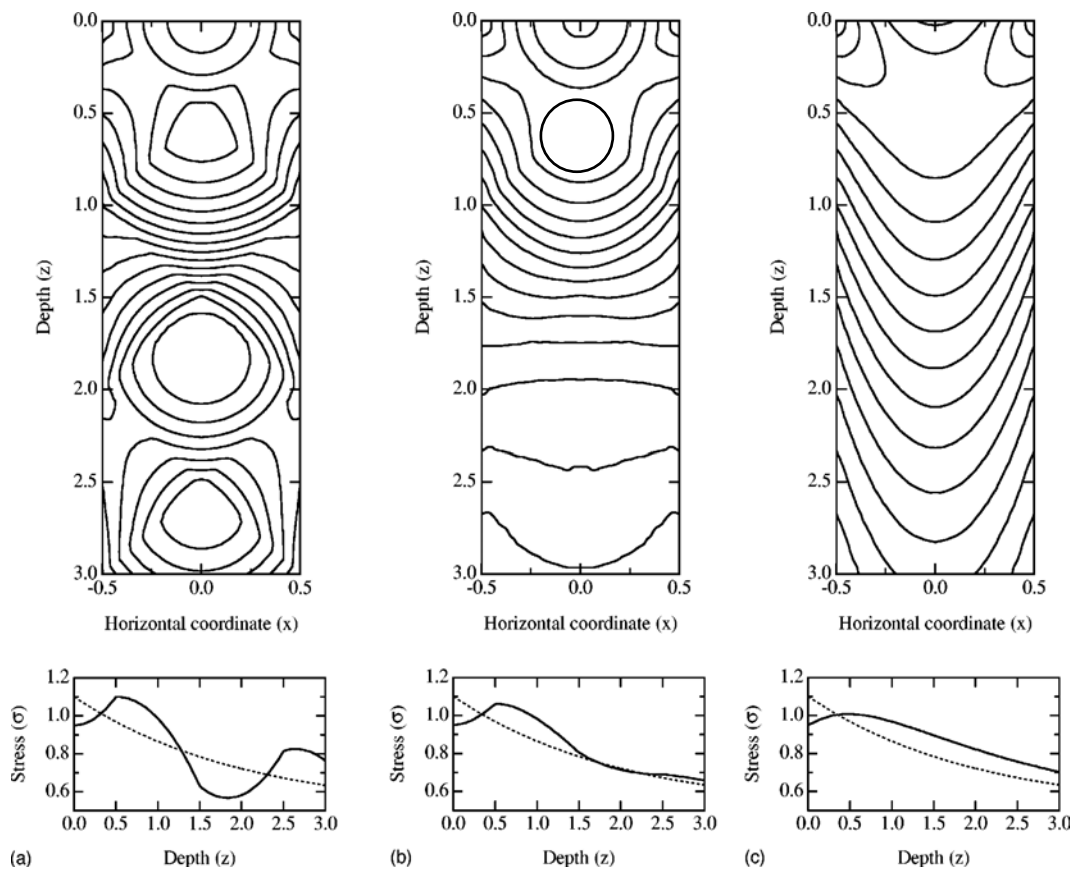


Figura 1.3

Fig.1.3: Se observan curvas de nivel de tensión, en las que cada línea representa una tensión constante; se aprecia la distribución de tensiones calculada con la ecuación 1.6 en tres circunstancias distintas: a) solución ondulatoria, b) de transición entre la solución ondulatoria a la difusiva, y finalmente c) la solución difusiva. Los gráficos de abajo representan en cada caso la variación de la tensión a lo largo del eje del cilindro.

En la Figura 1.3 se puede observar el cambio desde una distribución de tensiones internas de tipo ondulatoria a otra difusiva, tal como lo describe la teoría KSPH. Claramente en la Figura 1.3-a se aprecian dos máximos, en la Figura 1.3-b se puede ver como se va desdibujando el segundo máximo y finalmente en la Figura 1.3-c desaparece completamente, transformándose la distribución de tensiones en difusiva.

2. Verificaciones experimentales del modelo KSPH. Rasgos esenciales de los resultados

Hasta este momento existen sólo dos formas para medir las tensiones internas en un material granular compactado:

- 1- La medición directa de la tensión dentro de un compacto;
2. Mapear la distribución de densidad dentro de un compacto.

El primer método supone el uso de sensores de presión dentro del compacto o en el borde del mismo para medir las fuerzas que se desarrollan en la compactación. Tales medidas son limitadas por su dificultad de realización y la nula capacidad de medir la dirección y la posición de la tensión transmitida. El segundo método está basado en suponer que la densidad de granos hallada en un punto de un compacto (luego de cortar el mismo) está relacionada con la magnitud de la tensión transmitida aplicada en aquel punto. Varios trabajos relatan esta relación existente para describir el comportamiento de la presión a través de la densidad en sistemas granulares [15-18].

3. ρ ISRC: un nuevo método para mapear la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular.

La Resonancia Cuadrupolar Nuclear (RCN) es una técnica de espectroscopia muy sensible a las variaciones de temperatura y presión de la muestra, ya que estas variaciones modifican el gradiente de campo eléctrico que interactúa con el momento cuadrupolar de los núcleos atómicos [19]. Por lo tanto en el espectro puro de RCN se encontrará codificada en la frecuencia de resonancia la presión a la que está siendo sometida la muestra.

En particular es posible realizar espectroscopia posicional, o sea generación de imágenes con RCN.

En 1990, *Matsui y col.* [20] reportaron un método para la obtención de la localización espacial de núcleos cuadrupolares por RCN. En 1991 *Rommel, Nikel, Kimmich y Pusiol* presentaron una aplicación del método de obtención de imágenes en el sistema rotante para la RCN [21], como una extensión de la técnica ya utilizada por Hoult con anterioridad en la RMN.

Este método tiene la ventaja de producir la codificación espacial a través de un pulso de gradiente de RF, y adquiere la señal o respuesta con el mismo sensor; la adquisición se realiza con el campo de RF apagado, o sea sin presencia de campo magnético, por lo que la información espectroscópica contenida en la señal cuadrupolar se mantiene intacta al momento de adquirirse [21-24], y tiene la desventaja de tener poca profundidad de exploración. Posteriormente hubo importantes desarrollos utilizando esta técnica [25-29]. También en 1991 K. V. Ermolaev y col. [30] realizaron imágenes

con RCN (tanto de espín 3/2 como de espín 1) proponiendo un método en el cual se dispone un gradiente de RF que posea un punto de campo cero dentro de la muestra y entonces con un pulso resonante de saturación y un deslizamiento mecánico de la muestra según el eje sobre el que está aplicado el gradiente de campo, se puede obtener para cada posición de la muestra una medición cuantitativa de la cantidad de núcleos cuadrupolares que hay en ese plano perpendicular al eje en el punto de campo nulo. Después de muchos movimientos de la muestra se construye la imagen del objeto. Este método no necesita de gradientes de campo magnético tan grandes como el que si se necesita en el método descrito anteriormente, pero tiene la complicación de tener que mover mecánicamente la muestra para ser escaneada la misma de manera completa, lo que no siempre es posible en la práctica, sobre todo si se tienen que realizar mediciones “*in-situ*”. En 1992 [31] Ermakov y col., como continuación del trabajo antes mencionado, reportaron la reconstrucción de imágenes por RCN utilizando, para la generación del gradiente de campo magnético, una bobina de campo móvil. De esta manera se reportó la generación de imágenes utilizando la técnica de selección espacial por spin-locking que Mansfield y col. presentaron en 1976 (J.Phys. C: Solid St.Phys.7, L457-62). Esta técnica consiste en aplicar un pulso de preparación (90°_x) y un pulso de lock posterior de amplitud ω_1 sobre el eje y. Entonces en el tiempo de locking todos los espines, salvo los de frecuencia $\omega_1 \pm \delta\omega_1$, se desfazan. Se sustituye así la aplicación de pulsos selectivos. Este método tiene la ventaja, respecto al mencionado en la referencia [21], que simplifica el hecho de diseñar la reconstrucción de imágenes en 2D y fundamentalmente en 3D. Al mismo tiempo, es más compleja su instrumentación y no permite un posterior desarrollo hacia la obtención de imágenes rápidas como si lo permite el método descrito en [21].

En 1994, Lee y col. [32] incorporaron una técnica de generación de imágenes por RCN. Convirtieron un experimento usual de field-cycling en uno de imágenes, introduciendo en la parte de campo cero de una experiencia de este tipo una emisión de RF que sature una transición cuadrupolar de núcleos de ^{14}N (de una mezcla de estos núcleos con hidrógeno, CH_3CONH_2) con una bobina de tipo Maxwell o anti-Hemholtz, obteniendo la imagen justamente del plano de la muestra donde el campo de RF es cero. La imagen obtenida fue espacialmente resuelta en 1D y también obtenida como una función de la frecuencia de transición cuadrupolar excitada, siendo esta una ventaja de la técnica propuesta. Pero es un método que, junto a las dificultades propias de cualquier experiencia de field-cycling en cuanto al equipamiento necesario para realizarla, tiene limitaciones respecto a otros métodos para mostrar con exactitud la relativa abundancia de los sitios cuadrupolares de la muestra. Es así que la resolución espacial lograda está en el orden de los 5 mm.

Posteriormente, Níkel, Pusiol y col. [33], demostraron que el método de generación de imágenes en el sistema rotante por RCN introducido por ellos anteriormente [21] era apto para lograr imágenes pesadas por los valores de presión ejercida sobre la muestra en cuestión.

Entonces, si se somete a una muestra de polvo de forma cilíndrica a una presión en una de sus caras y se realizan imágenes selectivas en frecuencia de los diferentes slices (ρISRC), posiblemente se puedan detectar en 1D los fenómenos que se describen en la teoría KSPH, particularmente a lo largo del eje z del cilindro.

Esta es la técnica con la que se trabajará en esta tesis.

Para ello se realizarán imágenes con pulsos selectivos, que permitirán ser lo más exactos posibles en la determinación de la frecuencia de RCN de los núcleos que estamos excitando. Cuando se dice “lo más exacto posible” se hace referencia a una situación de compromiso entre la selectividad (medida por el ancho temporal de cada pulso selectivo, o por el ancho de la rodaja de muestra seleccionada) y la sensibilidad de la experiencia (medida por la cantidad de núcleos o espines que se excitan).

Se sabe que, tal como puede observarse en la Figura 1.4, cuanto más ancho en tiempo es el pulso de RF, más angosto (exacto) en frecuencia es su transformada de Fourier.

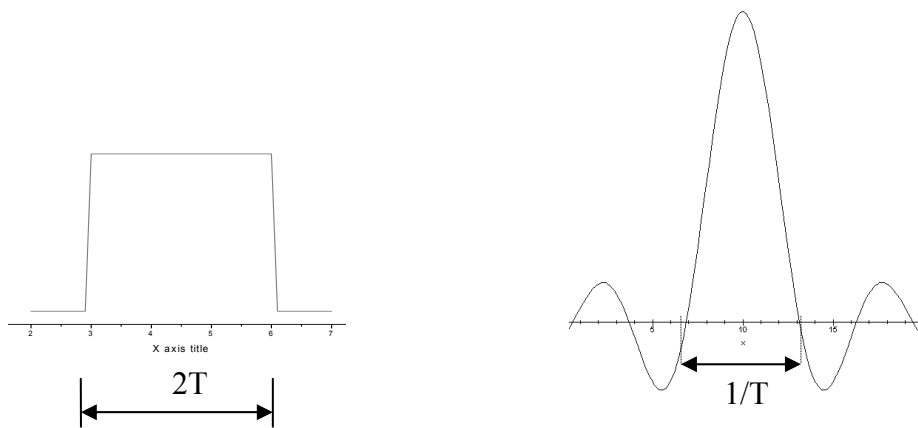


Figura 1.4

Fig. 1.4: Pulso rectangular y su transformada de Fourier, una función sinc. Notar la relación entre el ancho del pulso rectangular y el ancho del pico principal de la función.

Si al pico principal de la curva sinc de la derecha de la Fig. 1.4 se lo reemplaza por una función escalón en el espacio de las frecuencias con su mismo ancho, ignorando los fenómenos de difracción que se producirían por adoptar tal aproximación como los que pueden aparecer al despreciar los lóbulos secundarios de la función, se puede comprobar que al agrandar K veces el ancho del pulso, K veces se hace más selectivo en frecuencia ese mismo pulso [34]. Entonces se construyen pulsos tantas veces atenuados en voltaje como aumentados en ancho temporal. Se los denomina pulsos soft ó selectivos [34], a diferencia de los pulsos de tipo hard o no selectivos.

Por lo tanto, si se adquieren imágenes 1D de un apilamiento granular cilíndrico sometido a una presión externa en una de sus caras, realizadas estas imágenes con pulsos de tipo selectivos o soft, se estarían adquiriendo imágenes a frecuencias muy bien definidas, por lo que se posibilitará la realización de un mapeo o localización de las frecuencias (tensiones) a las que está siendo sometido el cilindro a lo largo de su eje z : imágenes pesadas en tensión de tipo 1D a lo largo del eje z del cilindro.

Capítulo II

Imágenes por RCN en el sistema rotante de muestras con espín $I = 1$

A - RCN con espín $I = 1$

1. Origen de la interacción cuadrupolar. Diferencias con la RMN.

El origen del hamiltoniano cuadrupolar se encuentra en el desarrollo multipolar del potencial eléctrico calculado en las inmediaciones de un núcleo atómico [19]:

$$\Phi(t) = \Phi_{\text{monopolar}} + \Phi_{\text{dipolar}} + \underbrace{\Phi_{\text{cuadrupolar}}}_{Q} + \dots$$
$$\Phi_Q \rightarrow \vec{Q} \cdot \nabla \vec{E} \rightarrow H_Q \approx \int_{\text{Todo el espacio}} \Phi_Q \cdot \rho(\vec{x}) \cdot d\vec{x}^3 \quad 2.1$$

Dónde $\rho(\vec{x})$ es la distribución espacial de cargas eléctricas. El término cuadrupolar del potencial representa la interacción del gradiente de campo eléctrico (generado por la nube electrónica) con el momento cuadrupolar del núcleo, tensor simétrico que, simplificando, mide en cuánto se desvía la distribución espacial de cargas del mismo (los protones) de una de tipo esférica, que en particular no tiene momento cuadrupolar. \hat{H}_Q Representa el hamiltoniano cuadrupolar que se desprende de este razonamiento.

Entonces las diferencias que se pueden apreciar entre la RMN y la RCN son varias [35-38]:

1. En la RMN el Hamiltoniano principal (Zeeman) se puede escribir prescindiendo del tipo de molécula (salvo por un factor). O sea que la interacción Zeeman se puede relatar hablando de las condiciones externas impuestas a la muestra, en particular el valor del campo magnético estático. En RCN el Hamiltoniano depende de la relación entre el núcleo del átomo que compone la muestra, propiamente de su espín, y la configuración electrónica que tenga ese núcleo alrededor, que proporciona el gradiente de campo eléctrico para que aparezca la interacción cuadrupolar;
2. La señal de RCN no es observada en muestras líquidas. Esto sucede por que las moléculas en los líquidos son caracterizadas por un movimiento muy rápido y arbitrario. Este movimiento rápido promedia el gradiente de campo eléctrico en cero mucho más rápido que el cambio dinámico del sistema de espines nucleares debido a la interacción cuadrupolar;
3. La orientación del campo de RF tiene distinta relevancia en RMN que en RCN. En la primera la relativa orientación del campo magnético externo y el campo de RF debe ser necesariamente perpendicular para crear una transición entre los auto-estados de energía. En la segunda, la relativa orientación del campo de RF respecto al eje de EFG-PAS de cada cristal determina la eficiencia de la excitación;
4. En RMN el hamiltoniano de RCN genera un corrimiento en la frecuencia de resonancia que depende de la orientación entre los cristales y el campo magnético estático. Para muestras policristalinas, el Hamiltoniano de RCN puede causar un gran ensanchamiento de la línea de resonancia, haciendo dificultosa y a veces imposible la medición en RMN;
5. Las frecuencias de transición en experimentos de RCN son muy dependientes de la orientación de la estructura del cristal y de la dinámica molecular del mismo; idénticas moléculas en configuraciones cristalinas diferentes pueden causar corrimientos en la frecuencia de RCN significativas; ciertas estructuras cristalinas crean simetrías tales en la configuración electrónica que hacen prácticamente nula la transición cuadrupolar (CINA);
6. Las frecuencias de transición en la RCN tienen una fuerte dependencia de la temperatura y de las presiones a la que está siendo sometida la muestra (cambian los promedios de los gradientes de campo eléctrico vistos desde el núcleo de cada átomo, y esto produce un corrimiento en frecuencia considerable); esta situación es la que se aprovechará posteriormente en este trabajo para codificar cambios de presiones sobre la muestra en cambios de frecuencias de RCN;
7. Para núcleos con espín $I < 1$ el momento cuadrupolar desaparece, y entonces la RCN no puede ser observada; se dice, desde una perspectiva clásica, que la distribución de cargas eléctricas del núcleo tiene simetría de tipo esférica.

2. RCN con espín $I = 1$.

Partimos de escribir el hamiltoniano debido a las interacciones cuadrupolares de espines con $I = 1$ en una base tal que facilite la aproximación perturbativa. En RMN esta base es la llamada Zeeman y el sistema se llama de laboratorio cuando coincide el eje z del mismo con la dirección del campo magnético estático. En RCN se elige la base en la cual el tensor gradiente de campo eléctrico EFG (Electric Field Gradient) es diagonal en el sitio nuclear de interés. Este sistema se llama Principal Axis System (PAS), y se lo denomina EFG-PAS.

Se llamará (x', y', z') al sistema laboratorio; (x, y, z) al EFG-PAS y (α, β) los ángulos que posicionan la dirección en que se emite la perturbación de RF con respecto al EFG-PAS, α al ángulo de la proyección sobre el plano x - y con el eje x , β el ángulo con el eje z , tal como indica la Figura 2.1.

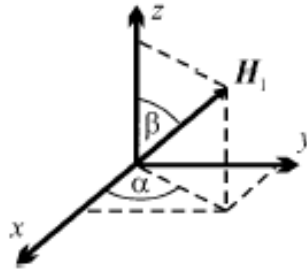


Figura 2.1

Fig. 2.1: Vector \vec{H}_1 respecto a los tres ejes coordenados y los ángulos que forma el vector respecto a los diferentes planos

El hamiltoniano cuadrupolar escrito en el EFG-PAS, sistema en el cual el momento cuadrupolar es diagonal, puede ser escrito como [39],

$$\hat{H}_Q = \frac{\omega_0}{3} \cdot \left[3\hat{I}_z^2 - \hat{I} \cdot (\hat{I} + 1) + \frac{\eta}{2} \cdot (\hat{I}_+^2 + \hat{I}_-^2) \right] \quad 2.2$$

$$\hat{I}_+ = \hat{I}_x + i\hat{I}_y; \hat{I}_- = \hat{I}_x - i\hat{I}_y$$

Dónde ω_0 es una constante de acoplamiento cuadrupolar y η es el parámetro de asimetría, que se define como en la ecuación 2.3

$$\eta = \frac{\frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2} - \frac{\partial^2 \Phi}{\partial y^2}}{\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2}} \quad 2.3$$

$$0 \leq \eta \leq 1$$

Expresado matricialmente, el hamiltoniano se escribe

$$\hat{H}_Q = \frac{\omega_0}{3} \begin{pmatrix} (1-\eta) & 0 & 0 \\ 0 & (1+\eta) & 0 \\ 0 & 0 & -2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_x & 0 & 0 \\ 0 & E_y & 0 \\ 0 & 0 & E_z \end{pmatrix} \quad 2.4$$

con E_x, E_y, E_z como los tres autovalores del operador \hat{H}_Q .

Si se excita perturbativamente el sistema con una RF, el hamiltoniano correspondiente a la perturbación, en el EFG-PAS, se escribe

$$\begin{aligned} \hat{H}_{RF} &= \omega_1 \cdot \cos(\omega t + \phi) \cdot [a \cdot \hat{I}_x + b \cdot \hat{I}_y + c \cdot \hat{I}_z] \\ \omega_1 &= \gamma H_1 \\ a &= \cos \alpha \cdot \sin \beta \\ b &= \sin \alpha \cdot \sin \beta \\ c &= \cos \beta \end{aligned} \quad 2.5$$

siendo H_1 la intensidad de la RF aplicada y γ la razón giromagnética del espín nuclear.

Cuando $\eta = 0$, de [39] y Anexo I,

$$\begin{aligned} \hat{H}_Q &= \frac{2 \cdot \omega_0}{3} \cdot \hat{I}_{z,4} = \frac{2 \cdot \omega_0}{3} \cdot (\hat{I}_{x,3} - \hat{I}_{y,3}) = \frac{\omega_0}{3} \cdot (3 \cdot \hat{I}_{x,3} - \hat{I}_{x,4}) \\ \omega_1 &= \gamma H_1 \end{aligned} \quad 2.6$$

Se desprecia la interacción dipolar del hamiltoniano total, ya que en ella se puede encontrar la causante de procesos tales como el de relajación espín - espín,

responsable del decaimiento observado en la FID, pero no dependen de ella ecuaciones que varíen esencialmente con ω_1 . De hecho la parte no secular del hamiltoniano dipolar oscila a $2\omega_0$, y la secular, cuando $\eta=0$, conmuta con \hat{H}_Q y en la representación interacción del EFG-PAS, no depende del valor de ω_1 . Entonces el hamiltoniano total es la suma de ambos hamiltonianos.

Suponiendo que se excita la muestra sólo con

$$\omega_x = \omega_{RF} \sim \frac{\omega_0}{3} \quad (\omega_y = \omega_z = 0) \quad 2.7$$

Entonces

$$\begin{aligned} \hat{H}(t) &= \hat{H}_Q + \hat{H}_{RF} \\ \tilde{H}_{eff}(t) &= \exp(-i \frac{\omega_{rf}}{\omega_0} \hat{H}_Q t) \cdot [\hat{H}_Q + \hat{H}_{RF}](t) \cdot \exp(i \frac{\omega_{rf}}{\omega_0} \hat{H}_Q t) \\ \tilde{H}_{RF} &= \omega_1 \cdot \exp(-i \frac{\omega_{RF}}{\omega_0} \hat{H}_Q t) \cdot [\hat{H}_{RF}] \cdot \exp(i \frac{\omega_{RF}}{\omega_0} \hat{H}_Q t) \\ \tilde{H}_Q &= \frac{(|\omega_{RF} - \omega_0|)}{\omega_0} \cdot \hat{H}_Q = \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \cdot \hat{H}_Q \end{aligned} \quad 2.8$$

Expresión en la que el tilde superior de cada operador significa que el mismo está escrito en la representación interacción. Es importante destacar que la representación interacción en la RCN juega el mismo rol que el sistema rotante en la RMN, con la consideración de que aquí el nombre “sistema rotante” no es apropiado, ya que la magnetización nuclear en la RCN está linealmente polarizada, o sea más bien “vibra en un eje”.

Re-escribiendo la ecuación 2.8 con los 8 operadores (linealmente independientes) generadores del grupo SU(3), mas una combinación lineal de ellos [40], utilizando sus respectivos corchetes de conmutación y un conjunto de tres operadores definidos por Cantor y Waugh para resolver el problema de la RCN con espín 1 (ver Anexo I), radiando la muestra a una de las tres frecuencias posibles (ω_x) y tomando sólo la parte de términos independiente del tiempo de los operadores (tomamos el valor medio del hamiltoniano) se llega a la siguiente expresión para el hamiltoniano efectivo,

$$\begin{aligned}\tilde{H}_{eff}(t) &= \omega_1 \cdot \cos \alpha \cdot \text{sen} \beta \cdot (\hat{I}_{x,1} \cos \phi + \hat{I}_{x,2} \sin \phi) + \frac{2 \cdot \Delta \omega}{3} \cdot \hat{I}_{z,4} \\ \text{Si } \phi &= 2\pi k, k = 0, 1, 2, 3 \dots \Rightarrow \\ \Rightarrow \tilde{H}_{eff}(t) &= \omega_1 \cdot \cos \alpha \cdot \text{sen} \beta \cdot \hat{I}_{x,1} + \frac{2 \cdot \Delta \omega}{3} \cdot \hat{I}_{z,4}\end{aligned}\tag{2.9}$$

Esta expresión se utilizará luego en la obtención de imágenes rápidas con espín $I = 1$.

Ahora, suponiendo condiciones de temperaturas altas, podemos considerar que el operador densidad al inicio de la experiencia es proporcional a \hat{H}_Q , por lo tanto a $\hat{I}_{z,4}$, con lo que al aplicarle una RF a una de las frecuencias de resonancia (en nuestro caso ω_x) se puede escribir, tomando en cuenta las reglas de conmutación del Anexo I,

$$\tilde{\Gamma}(t) = \exp(i\tilde{H}_{eff} \cdot t) \cdot [\hat{H}_Q] \cdot \exp(-i\tilde{H}_{eff} \cdot t)$$

Y entonces, con $\Delta \omega = 0$ y mirando las ecuaciones 2.6 y 2.9,

$$\tilde{\Gamma}(t) = I_{x,3} \cos[\omega_1(\alpha, \beta) \cdot t] + I_{x,2} \text{sen}[\omega_1(\alpha, \beta) \cdot t]\tag{2.10}$$

Asumiendo que se utiliza la misma bobina para excitar que para adquirir con detección en cuadratura, en el EFG-PAS podemos escribir un observable tomando sólo los términos independientes del tiempo (o tomando el valor medio) de \tilde{H}_{eff} en 2.9 como

$$\tilde{O} = \omega_1(\alpha, \beta) \cdot [A \cdot I_{x1} + I_{x2}]\tag{2.11}$$

siendo A una constante, con lo cual

$$S(t, \alpha, \beta) = \text{tr} \{ \tilde{\Gamma}(t) \cdot \tilde{O} \} = \frac{\omega_1(\alpha, \beta)}{2} \cdot \text{sen}[\omega_1(\alpha, \beta) \cdot t]\tag{2.12}$$

La llamada pseudo-FID se halla sumando las contribuciones en todas las direcciones posibles de 2.12.

$$S(t) = \frac{1}{4\pi} \cdot \int_0^{2\pi} \int_0^\pi d\alpha \cdot d\beta \cdot \frac{\omega_1(\alpha, \beta)}{2} \cdot \text{sen}[\omega_1(\alpha, \beta) \cdot t]\tag{2.13}$$

B- Imágenes en el sistema rotante (ρ RCN) de muestras con $I=1$

1. Posibilidad teórica

Ahora se trata de estudiar la posibilidad teórica de componer imágenes por RCN con muestras de espín 1 utilizando un método de reconstrucción similar al utilizado por Níkel y col en [21].

En trabajos anteriores se presentaron [30,31] la reconstrucción de imágenes 1D por RCN de muestras con espín 3/2 y espín 1 utilizando: primero una técnica en la cual se dispone un gradiente de RF que posea un punto de campo cero dentro de la muestra y entonces con un pulso resonante de saturación y un deslizamiento mecánico de la muestra según el eje sobre el que está aplicado el gradiente de campo, se puede obtener para cada posición de la muestra una medición cuantitativa de la cantidad de núcleos cuadrupolares que hay en ese plano perpendicular al eje en el punto de campo nulo, y luego utilizando spin-locking como forma de selección espacial en RCN.

En 1994, *Lee y col.* [32] utilizaron una técnica que constaba de aplicar un campo de RF con una bobina de tipo Maxwell (o anti-Helmholtz) en la parte de campo nulo de una experiencia de field-cycling. Al realizar esta experiencia sobre una mezcla de CH_3CONH_2 se logran imágenes de núcleos de espín $I = 1$, aunque con una resolución baja (5 mm aproximadamente), del plano de la muestra que se encuentra a campo de RF cero por su posición relativa a la bobina utilizada.

En esta tesis se presenta una alternativa a esos trabajos de reconstrucción de imágenes en 1D con un método más sencillo en su ejecución, que no precisa la variación externa de un campo magnético para escanear la muestra, que no necesita aparatos especiales respecto a los necesarios en cualquier experiencia de RCN y que permite un desarrollo posterior sencillo y directo hacia la obtención de imágenes rápidas.

La generación de imágenes por RCN en el sistema rotante [21] supone la utilización de un gradiente pulsado de RF en resonancia que sirve para codificar la posición en relación al ángulo de nutación de la magnetización nuclear, considerada la misma en la representación interacción,

$$\gamma B_1 \cdot t = \omega_1 \cdot t = \alpha \quad 2.14$$

donde t es el valor del ancho de pulso aplicado y α el ángulo de nutación.

El valor de α es tal que se obtiene la máxima señal posible cuando se trata de un pulso de saturación; entonces para cada valor de t se tendrá un valor distinto de B_1 que cumple esa condición, por lo cual barriendo distintos valores de t estaremos barriendo todos los valores distintos del campo magnético de RF con el cual se perturba el sistema, que por tratarse de un pulso de gradiente lineal, se podrán escanear efectivamente todos los valores desde $B_{1\text{Máx}}$ hasta cero.

En otras palabras, variando sistemáticamente de un experimento a otro la duración del pulso de RF, se crea una modulación en amplitud característica en la señal resultante, la cual contiene la información espacial de la distribución de espines en la dirección del gradiente de RF aplicado.

Esta técnica traslada al sistema rotante el principio de codificación en el sistema de laboratorio.

De manera efectiva entonces se obtiene un vector en el cual, a cada valor del ancho de pulso t le corresponderá un valor de la transformada de Fourier de la señal obtenida. A este vector se lo denomina pseudo-FID.

Para la generación de pulsos de gradientes se utilizan bobinas de gradientes de campos magnéticos lineales, tales como las de Maxwell o anti-Helmholtz, o también bobinas de tipo superficial.

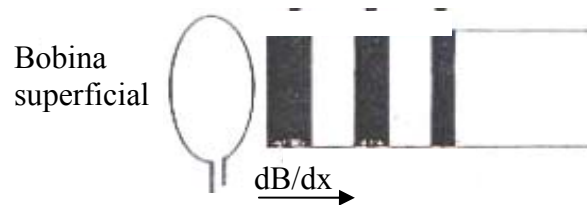


Figura 2.2

Fig. 2.2: Disposición de una bobina superficial respecto al probe para generar un pulso de gradiente lineal de RF sobre la muestra.

Los métodos matemáticos a emplear para la reconstrucción de una imagen una vez obtenida la pseudo-FID, van de acuerdo al tipo de muestra (espín) con el cual estemos trabajando, o sea los tipos de núcleos con los que queremos construir la imagen.

En el caso de espines con $I = 3/2$, Robert y col. demostraron [41] que el método de deconvolución adecuado era la realización de una Transformada de Hankel sobre la pseudo-FID.

En esta tesis se estudiará qué método de deconvolución es el apropiado para obtener imágenes de una muestra de núcleos con espín $I=1$.

Se conoce que pueden considerarse como factores independientes [22,23] la señal de inducción nuclear convencional de RCN, que depende del tiempo t_1 de evolución libre posterior a la aplicación del pulso, y la expresión que depende del valor del ancho de pulso t , que describe la evolución del sistema durante el período de aplicación de la RF y contiene la información del espectro de nutación. Si se le llama $G(\omega)$ a la Transformada de Fourier en la variable t_1 de $S(t, t_1)$, queda explícita la expresión

$$S(t, \omega) \approx G(\omega) \cdot S(t) \quad 2.15$$

siendo ω la frecuencia de RCN elegida para irradiar con la RF. Esta “separabilidad” de las variables es justamente lo que permite la obtención de las imágenes en pRCN.

Realizando la integral 2.13 utilizando un mismo solenoide lineal para la transmisión que para la recepción, con un polvo compuesto de núcleos con $I=1$ como muestra, luego de un pulso de RF de ancho t , en la representación interacción, se obtiene [42,43]:

$$S(t) = \sqrt{\frac{\pi}{2 \cdot \omega_1 \cdot \tau}} \cdot J_{3/2}(\omega_1 t) \quad 2.16$$

con $\omega_1 = \gamma \cdot B_1$, siendo $t \cdot \omega_1$ el ángulo de nutación del momento magnético en la representación interacción después de la aplicación del pulso y $J_{3/2}$ la función de Bessel de orden 3/2.

La máxima señal ocurre con un ángulo de 119° y si la muestra es policristalina (un polvo) su tamaño es igual al 43% del tamaño de la señal que se observaría de ser la muestra un monocristal con la perturbación de RF orientada según el eje de simetría del EFG.

Si se denomina $\rho(\vec{x})$ a la densidad volumétrica de espines nucleares, excitando la muestra (con $\eta = 0$) en una determinada frecuencia de RCN,

$$S(t) = \int_{\text{volumen muestra}} \sqrt{\frac{\pi}{2 \cdot \omega_1 \cdot \tau}} \cdot J_{3/2}(\omega_1 t) \cdot \rho(\vec{x}) \cdot d\vec{x}^3 \quad 2.17$$

Si se multiplica la ecuación 2.17 a ambos lados por $\cos(\omega_e t) \cdot dt$ y se integra entre 0 e ∞ ,

$$\begin{aligned} \int_0^\infty S(t) \cdot \cos(\omega_e t) \cdot dt &= \\ &= \sqrt{\frac{\pi}{2}} \cdot \int \rho(\vec{x}) \cdot d\vec{x}^3 \cdot \int_0^\infty \frac{1}{(\omega_1 t)^{1/2}} \cdot J_{3/2}(\omega_1 t) \cdot \cos(\omega_e t) \cdot dt \end{aligned} \quad 2.18$$

Entonces [44] se obtiene,

$$\begin{aligned} \int_0^\infty S(t) \cdot \cos(\omega_e t) \cdot dt &= \\ &= \sqrt{\frac{\pi}{2}} \cdot \int_V \rho(x) \cdot dx \int_0^\infty \frac{1}{\omega_1} \cdot \left[\frac{\text{sen}(\omega_1 t) \cdot \cos(\omega_e t)}{\omega_1 t^2} - \frac{\cos(\omega_1 t) \cdot \cos(\omega_e t)}{t} \right] \cdot dt \end{aligned} \quad 2.19$$

Pero [45]

$$\int_0^{\infty} \frac{\text{sen}(\omega_1 t) \cdot \cos(\omega_e t)}{(\omega_1 t)^2} dt = \text{cte} \cdot \delta(0)$$

$$\int_0^{\infty} \frac{\cos(\omega_1 t) \cdot \cos(\omega_e t)}{\omega_1 t} dt = \delta(\omega_e - \omega_1) \quad 2.20$$

Trabajando con $\omega_e = \omega_1$, eliminando la medición $t = 0$ y tomando en cuenta que

$$\delta(\omega_1 - \omega) = \frac{\delta(x - x_1)}{\left| \frac{\partial \omega_1}{\partial x} \right|_{x=x_1}}$$

$$\int_{\text{Volúmen}} \rho(\vec{x}) \cdot \delta(\vec{x} - \vec{x}_1) \cdot dx^3 = \rho(\vec{x}_1) \Rightarrow \quad 2.21$$

$$\rho(\vec{x}_1) = -\sqrt{\frac{2}{\pi}} \cdot \left[\frac{\partial \omega_1}{\partial x} \right]_{x=x_1} \cdot \int_0^{\infty} S(t) \cdot \cos(\omega_1 \cdot t) \cdot dt$$

donde $\rho_r(\vec{x}_1)$ es la densidad de espines (imagen) en el sitio \vec{x}_1 .

Al vector $S(t)$, para una frecuencia de RCN fija como es este caso, se lo denomina pseudo-FID.

Por lo tanto, según la ecuación 2.21, se puede re-construir la distribución de espines nucleares en un determinado sitio, o sea la imagen de ese sitio, obteniendo la pseudo-FID de la muestra, realizando una Transformada de Fourier de la misma, y tomando sólo la parte real de esta última.

Entonces el método propuesto en este trabajo para obtener la imagen de una muestra que contenga núcleos atómicos con espín $I = 1$ consiste en:

1. incrementar la duración del pulso de RF (pulso con frecuencia de RCN) de un experimento al siguiente, obteniendo en cada uno de ellos una matriz $S(t_1, t)$, siendo t_1 el tiempo de adquisición de la FID y t la duración del pulso de RF.
2. realizar una Transformada de Fourier de cada FID y obtener entonces el vector $S(\omega_Q, t)$ que es la Pseudo-FID. Este vector contiene el espectro de RCN en la

- dimensión ω_0 modulado en amplitud según la evolución del sistema en el dominio t .
3. a este vector (Pseudo-FID) realizarle una segunda Transformada de Fourier con lo que obtenemos un vector $S(\omega_0, \omega_1)$.
 4. de esta segunda Transformada de Fourier se elige sólo la parte real, o bien el módulo de la FT una vez realizada la corrección de fase correspondiente, se multiplica por (-1) y esa es la imagen buscada.

Junto a las ventajas de sencillez experimental y fácil adaptación a experimentos de tipo *in situ* que plantea este método, también tiene algunas desventajas, por ejemplo la pequeña profundidad de escaneo que se consigue con una bobina superficial, y que limita la posibilidad de utilización práctica del método.

2. Una simulación

Se construyó una simulación de esta situación.

Se mezclan (suman) dos funciones a dos frecuencias de nutación distintas, que simbolizan ser dos pseudo-FID como las descritas por la ecuación 2.16, cada una de ellas representando un espectro de nutación diferente y se observa cómo separa los picos la parte real de la transformada discreta de Fourier. En este caso se sumaron frecuencias angulares de 200(KHz-rad.) y de 300(KHz-rad) y el resultado está en la Figura 2.3.

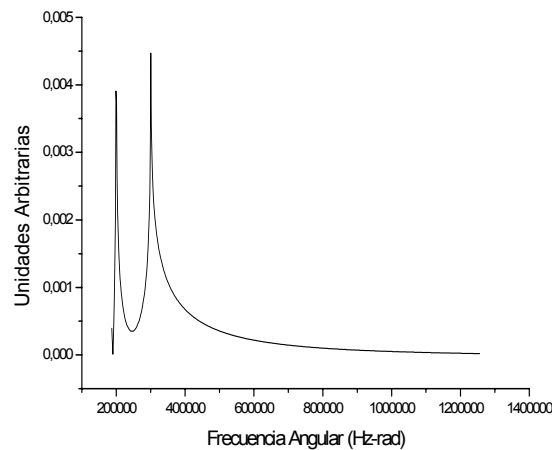


Figura 2.3

Figura 2.3: Resultado de una simulación de reconstrucción de una imagen a partir de una pseudo-FID preparada como la suma de dos señales con frecuencia angular de nutación diferente (la suma de dos expresiones como la 2.16 con diferentes frecuencias). El pico más grande se corresponde con un 10% más de núcleos en ese lugar.

3. Obtención de Imágenes Rápidas con ρ RCN en muestras de espín $I = 1$. SEXI (Single EXperiment Imaging).

El método bidimensional de codificación descrito anteriormente, consiste en múltiples experimentos variando sistemáticamente el ancho del pulso irradiado. Si T es el tiempo que se tarda en realizar un experimento, y N la cantidad total de experimentos realizados, cada uno con su valor de ancho de pulso, el tiempo experimental que requiere llevar esta técnica a la práctica es del orden de $[N \times T]$.

En 1996, Héctor Robert, A Minuzzi y D. Pusiol [41] adaptaron a la RCN un método ideado por Hoult [47] para la RMN para obtener imágenes rápidas. Consiste en irradiar la muestra con una secuencia de pulsos de RF resonantes (a la frecuencia de RCN) que sean cortos, intensos y coherentes, y seguir la evolución de la magnetización en el sistema interacción del EFG-PAS, registrando la amplitud de la señal en cortos períodos de detección posteriores a cada pulso de irradiación.

Se puede ver en la Figura 2.4 como se implementa esta secuencia y cómo finalmente se adquiere la pseudo-FID en un solo experimento,

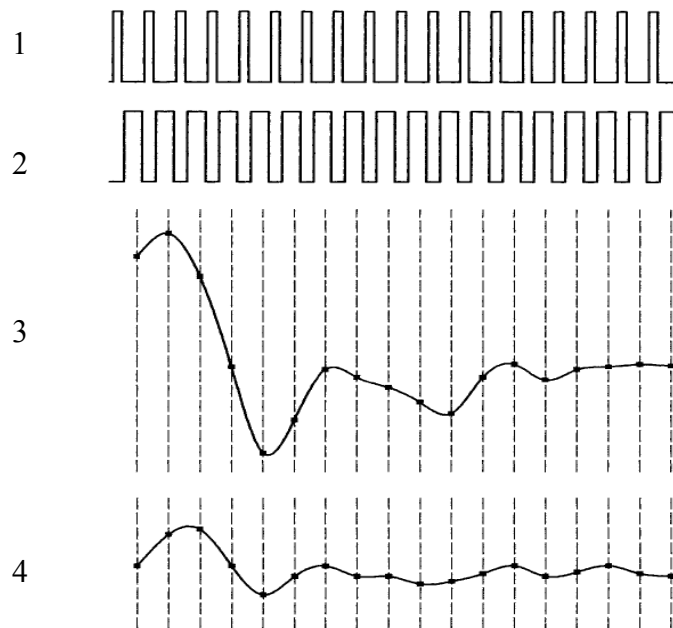


Figura 2.4

Fig. 2.4: 1- la secuencia de n pulsos de gradiente de RF; 2- secuencia de los espacios iguales entre pulsos, en los cuales adquirimos la señal; 3- la pseudo-FID real y 4- la pseudo-FID imaginaria que se obtiene como resultado.

En este trabajo de tesis se extenderá el método para ser utilizado en muestras con $I = 1$. A continuación se describe la posibilidad teórica de realizarlas y en el capítulo siguiente el desarrollo experimental.

En la ecuación 2.9 se escribe el hamiltoniano efectivo de RCN en la representación interacción del sistema EFG-PAS, cuando la muestra está compuesta con núcleos con espín $I = 1$ y $\eta = 0$,

$$\begin{aligned}\tilde{H}_{eff}(t) &= \omega_1(\alpha, \beta) \cdot I_{x,1} + \frac{2 \cdot \Delta\omega}{3} \cdot \hat{I}_{z,4} \\ \omega_1(\alpha, \beta) &= \omega_1 \cdot \text{sen}\alpha \cdot \cos\beta\end{aligned}\tag{2.22}$$

dónde $\Delta\omega$ es el off-set en la frecuencia de irradiación.

Si se aplican n pulsos de gradiente de RF (pulsos de gradiente, espacialmente inhomogeneos) de ancho Δt todos iguales, a la frecuencia de resonancia del sistema, separados entre ellos por un tiempo τ de evolución libre, suponiendo que el tiempo total de aplicación de los n pulsos en cada experimento es del orden de $T \sim 2T_2 \ll T_1$ [24], despreciando la relajación del sistema mientras se está aplicando cada pulso (cosa admisible por que durante la excitación el valor del tiempo de relajación $T_{1,2}$ es del orden de T_1 [48]), y definiendo

$$\begin{aligned}\hat{U}(\tau_j) &= \exp\left(-i \frac{\Delta\omega}{3} \cdot \hat{I}_{z,4} \cdot \tau_j\right) \\ \hat{R}(\Delta t_j) &= \exp\left(-i \hat{H}_{eff} \cdot \Delta t_j\right)\end{aligned}\tag{2.23}$$

Entonces a la evolución de la matriz densidad Γ del ensamble de espines en la representación interacción del EFG-PAS se la puede escribir como

$$\begin{aligned}\bar{\Gamma}(T) &= \left[\prod_{j=1}^n \hat{U}(\tau_j) \cdot \hat{R}(\Delta t_j) \right] \cdot [\bar{\Gamma}(0)] \cdot \left[\prod_{j=1}^n \hat{R}^{-1}(\Delta t_j) \cdot \hat{U}^{-1}(\tau_j) \right] \\ \bar{\Gamma}(0) &\sim \hat{H}_Q\end{aligned}\tag{2.24}$$

donde el tilde situado arriba de Γ significa promedio en el ensamble de espines, y

$$T = n\tau + \sum_{j=1}^{n-1} \Delta t_j .$$

$\Gamma(0) \sim \hat{H}_Q$ en esta cuenta como aproximación de altas temperaturas [48].

Si se hace que

$$\frac{\Delta\omega.\tau}{3} = 2.\pi.k \quad 2.25$$

$$k = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots$$

Entonces

$$\bar{\Gamma}(T) = \prod_{j=1}^n R(\Delta t) \cdot [\Gamma(0)] \cdot \prod_{j=1}^n R^{-1}(\Delta t) = R^n(\Delta t) \cdot \Gamma(0) \cdot R^{-n}(\Delta t) \quad 2.26$$

que no es otra cosa que

$$\begin{aligned} \bar{\Gamma}(T) &= \exp(-i\hat{H}_{eff}.n\Delta t) \cdot \Gamma(0) \cdot \exp(i\hat{H}_{eff}.n\Delta t) \\ \bar{\Gamma}(T) &= \hat{I}_{x,3} \cos[\omega_1(\alpha, \beta).(n\Delta t)] + \hat{I}_{x,2} \cdot \text{sen}[\omega_1(\alpha, \beta).(n\Delta t)] \end{aligned} \quad 2.27$$

Las ecuaciones 2.26 y 2.27 significan que se tendrá, como adquisición final de aplicar dicha secuencia, el mismo resultado que haber realizado un pulso de ancho $(n.\Delta t)$. Si se adquiere un punto luego de cada pulso de excitación de la secuencia, entonces se puede armar un gráfico en términos de amplitud de adquisición vs. $(n.\Delta t)$, que es finalmente lo mismo que obtener la pseudo-FID del sistema en un solo experimento.

Capítulo III

Arreglo Experimental

Introducción

El estudio de la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular comprimido utilizando ρ ISRC puede realizarse en 1 dimensión (1D), en 1 dimensión pero con adquisición rápida de imágenes (1D-fast), en 2 dimensiones (2D) o en tres dimensiones (3D).

En esta tesis se trabajó siempre utilizando ρ ISRC en 1D; sin embargo se desarrollaron algunas ideas y también tecnología apropiada para que el avance hacia la implementación de esta técnica en 1D-fast y en 2D sea más directo y sencillo.

Así se estudió la forma de poder aplicar en la RCN las bobinas de tipo jaula de pájaros, sensores que son aptos para el desarrollo en 2D, como también se desarrollaron algunos aparatos tales como el driver de imágenes y el demultiplexor de potencia que permiten el desarrollo de ρ ISRC en 1D-fast.

Para ejemplificar esto se analizará la aplicación de una secuencia como la mostrada en la Figura 3.1, (esta secuencia fue utilizada por F. Casanova [24]).

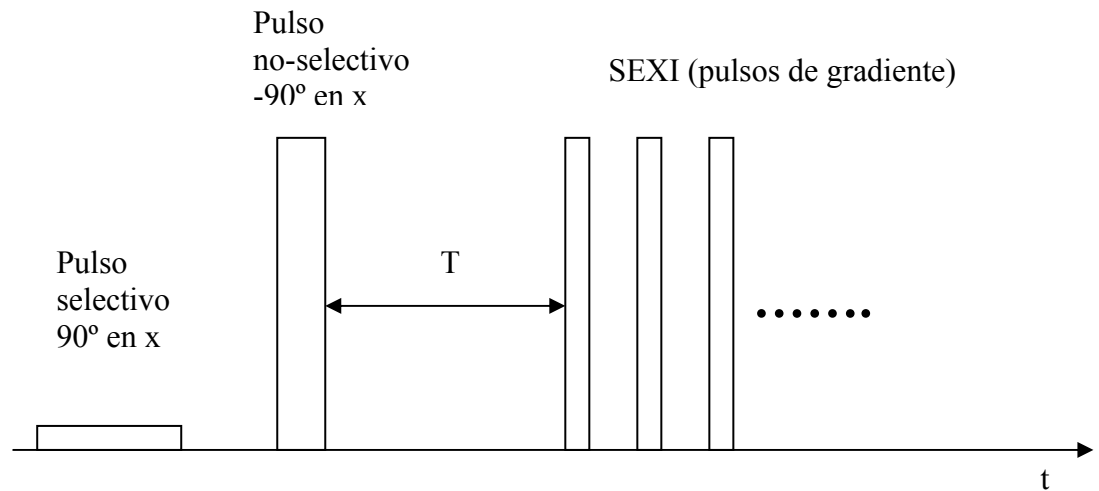


Figura 3.1

Fig. 3.1: Secuencia de pulsos utilizada por F. Casanova [24] que permite la realización de imágenes selectivas rápidas por RCN

Se sigue ahora la descripción de lo que le sucede a la magnetización para entender cómo funciona la misma: con el primer pulso selectivo homogéneo se rota la magnetización de sólo una rodaja seleccionada con la frecuencia de la muestra desde el eje z al plano x-y; posteriormente se aplica un pulso no-selectivo homogéneo de -90° y entonces la magnetización de la rodaja seleccionada queda sobre el eje z y la magnetización del resto del cilindro sobre el plano x-y. Se espera un tiempo T más grande que T_2^* , por lo que desaparece el resto de la magnetización, y como $T_1 \gg T_2^*$ y la magnetización correspondiente a la rodaja seleccionada queda sobre el eje z, se aplica la secuencia SEXI sobre esta magnetización seleccionada y se adquiere finalmente una imagen rápida realizada con pulsos selectivos, o sea una imagen rápida de la rodaja seleccionada.

¿Cuáles son algunas de las complicaciones que se presentan al intentar aplicar experimentalmente esta técnica?

1. se deben componer primero dos pulsos homogéneos y luego una secuencia (SEXI) con pulsos de gradiente; una parte de esta dificultad fue salvada por F. Casanova [24] generando los pulsos homogéneos con un solenoide y los de gradiente con una bobina de tipo anti-Helmholtz (o también llamada de Maxwell) sabiendo que si se ubican ambas de manera correcta una respecto a la otra, no deben acoplarse magnéticamente entre si;
2. se deben alimentar ambas bobinas con RF en etapa de potencia, por lo que se necesitan dos transmisores de RF sincronizados entre si; tal requerimiento podrá ahora resolverse utilizando un solo un transmisor de RF y el demultiplexor de potencia explicitado masa adelante en este trabajo;
3. se necesita una llave de RF que permita el ingreso por un lado de un pulso de tipo no-selectivo o hard y por otro, con atenuación mediante, un pulso de tipo selectivo o soft y que pueda éste instrumento en su salida poner ambos pulsos en una sola secuencia; el driver de imágenes, presentado en este capítulo resuelve eficientemente el problema sin agregar ruido a la experiencia.

El Capitulo III de esta tesis está dedicado a describir estos aportes innovadores, junto a una adaptación realizada sobre un sistema de Q-damper ya existente, sumado al relato sobre la forma en que se construyó íntegramente y se adaptó el equipo de RCN a la prensa hidráulica para poder realizar los experimentos, como también la descripción y construcción del equipamiento electrónico necesario para la realización de la experiencia planificada.

A - Desarrollo y mejora de la performance de sensores tipo *jaula de pájaros* para ser utilizados en RCN.

1. Introducción

Las bobinas o sensores de RF son elementos que tienen dos propósitos importantes en la resonancia: el de excitar los espines nucleares y el de detectar luego, en un tiempo posterior, la señal emitida por ellos.

Estos dos propósitos son llamados excitación y recepción y puede utilizarse el mismo sensor para ambos fines o bien tener distintas bobinas que cumplan con un rol ó con el otro.

En particular cuando el campo magnético generado por un pulso de RF aplicado a un sensor de excitación tiene una gran homogeneidad en un volumen determinado, a esos sensores se los denomina de tipo volumétrico [49].

Las ***bobinas jaula de pájaros*** (BJP) son de tipo volumétricas y se utilizan mucho en la adquisición de imágenes por RMN para fines medicinales, fundamentalmente para la realización de imágenes de la cabeza en seres humanos y en animales. Cuando se intenta adaptar estos sensores para su uso en RCN, existen dos inconvenientes a resolver:

1. Que los mismos tienen un valor demasiado bajo de inductancia, por lo que para el uso en frecuencias relativamente bajas, del orden de magnitud de algunos MHz, deben utilizarse capacitores de valores muy grandes, con lo que su calibración se hace dificultosa y su costo aumenta mucho. Este problema fue resuelto por A. S. Peschkovsky y col. [50].
2. Se necesita un factor de mérito Q grande del sensor, de tal forma de detectar con una buena relación señal/ruido.

Para la solución de este segundo problema ya se había encontrado una respuesta parcial: si el sensor se construye con caños cilíndricos, huecos o no, su factor de mérito mejora respecto a una construcción con piernas conductoras planas [51].

En este trabajo de tesis se presenta un método preciso, sencillo y económico que permite mejorar el valor de Q en las BJP por sobre la mejora lograda con el método anteriormente descripto.

2. Sensores tipo *jaula de pájaros* (BJP)

Si se tiene un cilindro hueco conductor (Figura 3,2) y hacemos circular una corriente eléctrica desde una base del cilindro a la otra y concebimos que esta corriente tenga una distribución senoidal si se mide la misma a lo largo de cualquier circunferencia del cilindro, entonces el campo magnético logrado en el interior del cilindro es homogéneo y transversal al tubo (Figura 3.3).

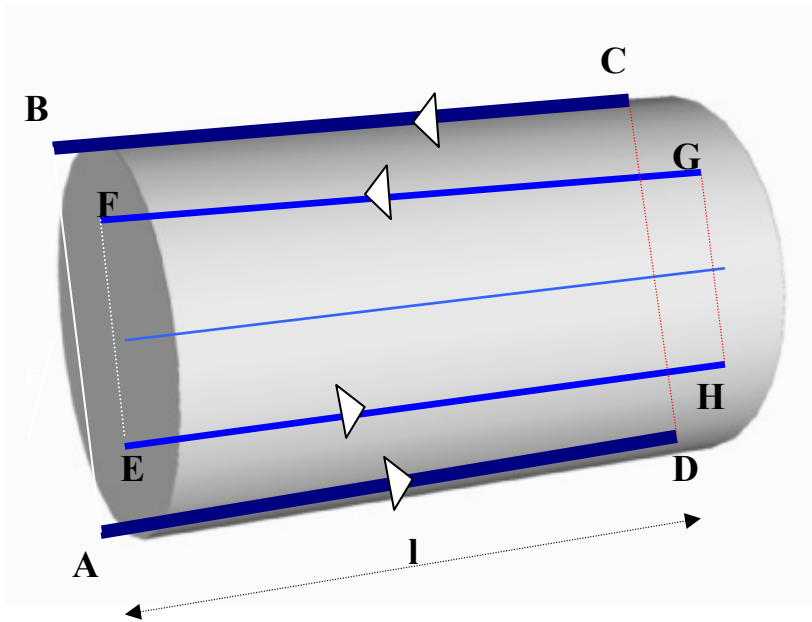


Figura 3.2

Fig. 3.2: Cilindro hueco conductor sobre el cual existe una distribución de corriente como la mencionada. Se dibujaron dos “espiras instantáneas” sobre el cilindro, la ABCD y la EFGH.

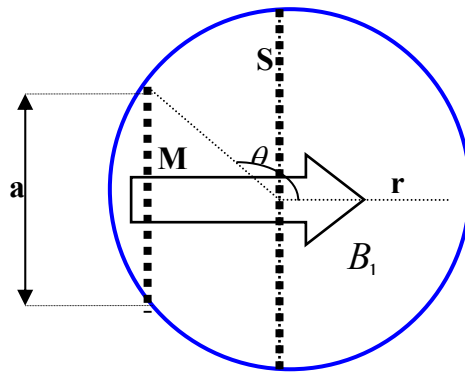


Figura 3.3

Fig. 3.3: Vista de frente del cilindro. Las “espiras instantáneas” S y M quedan paralelas entre si. También se observa la dirección del campo magnético generado por ambas espiras.

Cada línea azul sobre la superficie del cilindro de radio r de la Figura 3.2 tiene un ancho proporcional al módulo de la corriente circulante en un instante en esa dirección y la flecha sobre ellas indica el sentido de circulación de la misma.

Se puede apreciar la distribución de corriente eléctrica de tipo senoidal en la superficie del cilindro siguiendo una circunferencia del mismo,

Uno puede imaginarse dos “espiras instantáneas” (circulación de la corriente eléctrica en un instante dado de tiempo) paralelas entre si: la ABCD y la EFGH. El campo magnético instantáneo generado por estas espiras está representado en la Fig. 3.3 por la flecha grande llamada B_1 .

En la Figura 3.3 se puede observar el cilindro y dos “espiras instantáneas” vistas de frente, una que corta al eje del cilindro (S) y la otra no (M). Por estas espiras S y M circula una corriente de módulo constante.

Están distribuidas en la circunferencia según el ángulo θ , y la distribución de la corriente es tal que en la espira S la corriente es i_{Max} , entonces en la M (EFGH en la Figura 1) será $i_{Max} \cdot \sin \theta$ por la distribución senoidal de la corriente sobre la superficie del cilindro.

El campo magnético en el centro de cada una de estas espiras rectangulares de lados a y l (l = longitud del cilindro) será, mirando la Figura 3.3 [52]

$$a = 2r \cdot \sin \theta$$

$$B_1 \propto \frac{i \cdot \sqrt{a^2 + l^2}}{al} = i_{Max} \cdot \sin \theta \cdot \frac{2r \cdot \sqrt{\sin^2 \theta + \left(\frac{l}{2r}\right)^2}}{2r \cdot \sin \theta \cdot l} = i_{Max} \cdot \frac{\sqrt{\sin^2 \theta + \left(\frac{l}{2r}\right)^2}}{l} \quad 3.1$$

Si es al menos $l \sim 2r$, entonces

$$i_{Max} \cdot \frac{\sqrt{\sin^2 \theta + \left(\frac{l}{2r}\right)^2}}{l} \approx i_{Max} \cdot \frac{\sqrt{1 + \left(\frac{l}{2r}\right)^2}}{l} \quad 3.2$$

Entonces el campo magnético generado por la bobina S en el centro será: $B_1(S) \cong B_1(M)$ entre los valores de $\theta = 60^\circ$ y $\theta = 120^\circ$, con inhomogeneidades de B_1 en este volumen del orden del 2,5% como máximo, lo que garantiza un volumen de campo magnético uniforme en una zona que es aproximadamente de 1/4 del volumen total del sensor.

Este es el principio por el cual funcionan los sensores del tipo jaula de pájaros. Los mismos son una simulación de un cilindro como el descrito (Figura 3.4) contruidos con conductores planos o cilíndricos y capacitores.

El circuito de funcionamiento eléctrico equivalente al de un sensor de este tipo puede encontrarse en la Figura 3,5 [49,53 y 54]

De este tipo de sensores se pueden encontrar dos modelos: *pasa-bajos* y *pasa-altos*, y se puede observar un esquema de ambos en la parte a y b de la Figura 3.4, Las líneas continuas son conductores de Cu.

En esta tesis se trabajará con una BJP de tipo *pasa-bajos* (B de Figura 3.4), pero las conclusiones servirán para ambos tipos de sensores.

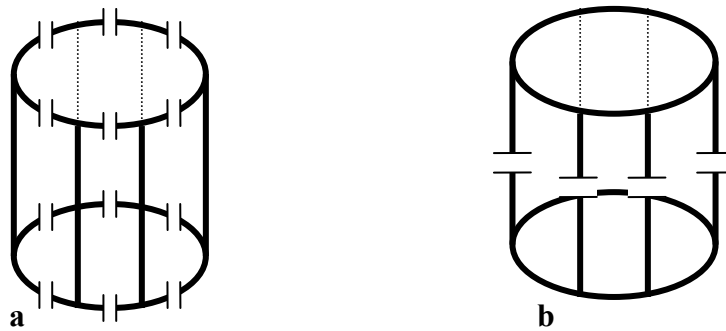


Figura 3.4

Fig. 3.4: Dos tipos de bobinas jaula de pájaros de las mas utilizadas: a: *high-pass*, y b: *Low-pass*.

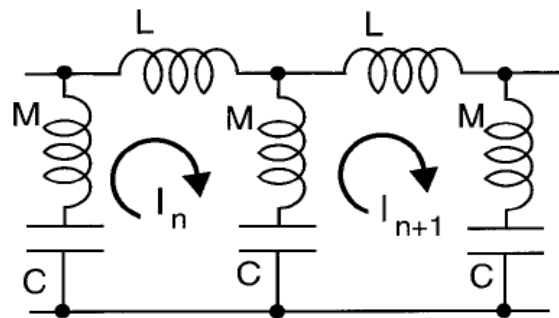


Figura 3.5

Fig. 3.5: Circuito equivalente de una BJP tipo *low-pass* [54]

Cada pierna se piensa como una inductancia mutua M entre dos mallas contiguas. De esta manera se puede simular al sensor como una sucesión de n mallas, cada una con su corriente I_n .

Según James Tropp [54] el tipo de respuesta en corriente obtenida en una bobina de tipo de *jaula de pájaros* (BJP) de $n-1$ mallas (y n piernas) excitada por una fuente ideal de voltaje (Figura 3.5) puede resolverse como un problema de autovalores.

3. Sensores jaula de pájaros perturbados (asimétricos)

Al resolver el problema de una BJP de n piernas, o sea $(n-1)$ mallas simétricas (todas iguales) y una de tipo no-simétrica (distinta ó perturbada), en particular ésta con un capacitor de diferente valor (pero puede ser con un valor diferente de L ó M), al cual Tropp [54] lo escribe como $\frac{C_n}{1-\delta}$, mirando el circuito de la Figura 3.5, se obtienen las ecuaciones

$$\begin{aligned} [s^2 + \omega_a^2(2-\delta)]I_n - \omega_a^2[(1-\delta)I_{n+1} + I_{n-1}] &= 0 \\ [s^2 + \omega_a^2(2-\delta)]I_{n+1} - \omega_a^2[I_{n+2} + (1-\delta)I_n] &= 0 \end{aligned} \quad 3.3$$

en las cuales la variable $s = i\omega$, n es el número de la pierna y $\omega_a^2 = [(L + 2M).C]^{-1}$ no es otra cosa que la frecuencia de resonancia de una de las mallas no-perturbadas.

Se plantea éste como un nuevo problema de autovalores con idéntica resolución que el de la BJP no-perturbada.

Al aplicar la teoría de perturbaciones (en primer orden), Tropp concluye que los vectores respuesta serán de la forma,

$$\begin{aligned} |P_1\rangle &= \frac{(|1\rangle - \varepsilon|N-1\rangle)}{\sqrt{2}} \\ |P_2\rangle &= \frac{(|1\rangle + \varepsilon|N-1\rangle)}{\sqrt{2}} \end{aligned} \quad 3.4$$

Entonces se encuentra que la corriente en la pierna n es,

$$\begin{aligned} I_n &= \sqrt{(2/N)}.(1-\varepsilon).\cos(2\pi n/N) \rightarrow \text{para } |P_1\rangle \\ I_n &= \sqrt{(2/N)}.(1-\varepsilon).\sin(2\pi n/N) \rightarrow \text{para } |P_2\rangle \end{aligned} \quad 3.5$$

Expresiones en las cuales ε es un número complejo de módulo pequeño. La solución al problema de auto-vectores se plantea en la forma de dos posibles estados degenerados, como se expresa en la ec. 3.4 y la 3.5.

El valor $(1 - \varepsilon)$ es una diferencia de fase que existe como consecuencia de la asimetría del problema. Esta asimetría introducida puede también pensarse como la existencia de una diferencia en la frecuencia de resonancia de la malla perturbada, ya que mirando la ecuación 3.3, y haciendo $\delta = \frac{2 \cdot \delta'}{\omega_a}$ queda

$$4 \cdot (\omega_a - \delta')^2 \sim 4\omega_a^2 - 8 \cdot \omega_a \cdot \delta' = \omega_a^2 (2 - \delta) \quad 3.6$$

Por lo que entonces ahora la diferencia en la frecuencia de resonancia de esta malla perturbada la podemos pensar como un problema de:

1. o bien haber colocado en esa malla un capacitor diferente al del conjunto,
2. o que esta malla tenga errores de construcción (diferencias de L ó de M),
3. o bien ambas cosas al mismo tiempo.

4. Método para optimizar Q en un sensor perturbado

Se presenta en este trabajo un método preciso, sencillo y económico que permite optimizar el valor del factor de calidad de las bobinas del tipo jaula de pájaros, hecho que va a permitir poder utilizar las mismas en experiencias de RCN. Si se tiene una BJP asimétrica, esta asimetría resulta en una perturbación de segundo orden [54], entonces los modos dejan de ser ortogonales entre si y al aplicar la excitación en una de las piernas, intentando por ejemplo excitar el modo mas bajo del sensor, estaremos introduciendo al sistema una tensión expresada como un vector que necesariamente tendrá proyección sobre todos los modos de la BJP. O sea, estaremos excitando con un vector que es combinación lineal de los vectores de los auto-estados de la BJP.

De aquí que al excitar el sensor habrá una corriente pequeña circulando por cada modo que disipará una determinada potencia.

Definimos
$$Q = \frac{\text{Màxima.energía.almacenada}}{\text{Energía.total.disipada.por.período}} \quad 3.7$$

La energía disipada total entonces aumentará respecto a la situación de un sensor no-perturbado, a costa de la disminución de la energía entretenida (campo magnético y campo eléctrico) y por lo tanto disminuirá el valor de Q. ¿Qué tan grande, en valores de

factor de calidad, pueden resultar estas perturbaciones? Haremos una aproximación de esto último.

Si se observa la Figura 3.6, llamando I a la corriente total que circula por todos los modos mayores al modo 1 debido a la perturbación existente, y haciendo $I = \delta.I_1$ con δ muy pequeño,

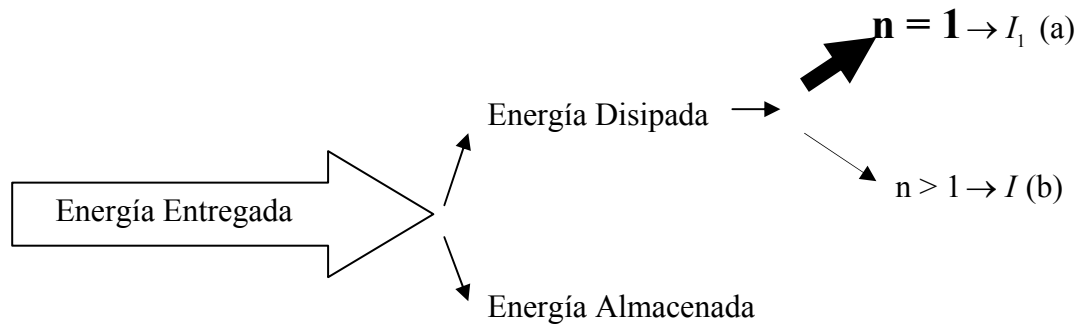


Figura 3.6

Fig. 3.6: Esquema de utilización de la energía entregada por un equipo de RCN a una BJP: al total de energía entregada se la puede dividir en energía almacenada por el circuito y energía disipada por el mismo; al no tenerla BJP los modos ortogonales entre sí, se disipa una parte de la energía en el modo principal $n = 1$ (a), y otra parte entre los modos mas altos $n > 1$ (b).

Se denomina N al número total de modos.

Entonces

$$I = \delta.I_1$$

$$P_T = I_1^2.R_1 + \sum_{j=2}^N (\delta.I_1)_j^2 .R_j \quad 3.8$$

donde P_T es la potencia total disipada por el sensor, R_1 la resistencia del sensor en el modo 1, y R_j la resistencia del sensor en el modo i y $(\delta I_1)_j$ la corriente circulando por cada uno de los i modos superiores al primero; si a todos los $(\delta I_1)_j$ los tomamos iguales y los $R_j \cong R_1$ (es sólo una aproximación estimativa), llamando P a la potencia total entregada al sensor,

$$\begin{aligned}
P_1 &= I_1^2 \cdot R_1 \\
q_s &= \frac{P}{P_1}; q_{ns} = \frac{P}{P_T} \\
\eta &= \frac{q_s}{q_{ns}} = \frac{P_T}{P_1}
\end{aligned} \tag{3.9}$$

donde P_1 es la potencia disipada por el sensor en el modo 1 si $\delta = 0$ y q es un valor proporcional a Q ,

Si se supone que el valor de la resistencia de cada uno de los modos superiores al modo 1 es igual o mayor que la que tiene el modo 1,

$$\begin{aligned}
\sum_{j=2}^N R_j &\geq (N-1) \cdot R_1 \Rightarrow \\
\eta = \frac{q_s}{q_{ns}} &\geq 1 + \delta^2 \cdot (N-1)
\end{aligned} \tag{3.10}$$

Donde η es un número proporcional a la relación entre el factor de calidad del sensor simétrico (no perturbado) y no-simétrico (perturbado).

Por ejemplo, si $N=16$, $\delta = 0,1 \Rightarrow \eta \geq 1,16$ entonces Q decrece más del 16% en relación al valor no-perturbado.

En una BJP real estas imperfecciones ó diferencias entre las capacidades calculadas y las utilizadas, o errores de construcción de su estructura mecánica se presentan siempre. Es mas, en una misma BJP las mallas entre si son diferentes.

El efecto de agregar un “shield” ó protección exterior metálica a una bobina superficial es bien conocido [55], disminuyendo el mismo la auto-inductancia de la bobina y por ende cambiando la sintonía del circuito y aumentando su frecuencia de resonancia.

El método elegido para optimizar el valor de Q consiste en sintonizar todas y cada una de las mallas individuales a la misma frecuencia de resonancia (de manera individual, desconectada del resto de la bobina al sintonizarla) agregándole a las mismas en forma externa y superficial láminas de cobre del tamaño (superficie) necesario para variar la frecuencia de resonancia de la malla hasta el valor deseado, teniendo el cuidado suficiente para que las mismas no hagan contacto eléctrico con las piernas. A este proceso le llamaremos sintonía de orden cero. De esta manera todas las mallas quedarán sintonizadas, de manera individual, a la misma frecuencia de resonancia.

Una vez sintonizado de esta forma el sensor, puede realizarse una re-sintonía de cada malla (le llamaremos re-sintonía de orden 1) que corrige las pequeñas imperfecciones incorporadas por haber agregado las placas de Cu anteriormente.

Finalmente, para llevar el sensor a la frecuencia principal (frecuencia del modo mas bajo) deseada de acuerdo a la experiencia modelada, se puede variar la misma, junto a la frecuencia de resonancia de todos los modos, agregándole un shielding completo de forma cilíndrica, a todo el sensor, de tal manera de que el sensor quede ubicado exactamente en el centro del shielding.

5. Resultados experimentales

Se realizó la experiencia sobre una bobina de 16 piernas de 550 mm de diámetro y 600 mm de longitud que se construyó para ser utilizada en la detección de hexametilentetramina con una frecuencia de RCN de 3,31 MHz. Para lo cálculos se utilizó el programa *Birdcage-Builder* [56]. Se utilizaron capacitores de tipo ATC (alto valor de Q) de 1200(pF) cada uno con una tolerancia en la capacidad entre ellos del orden del 0,1%. Se excitó la bobina en el modo mas bajo en frecuencia en sus dos formas degeneradas posibles, que se corresponden con los vectores de la (ec.2), con lo que se obtuvo un valor del factor de calidad de, $Q = 230$.

El factor de calidad, que se calcula según la ecuación 6.4, podemos obtenerlo también a través de la fórmula $Q = \frac{f}{\Delta f}$, encontrando así valores proporcionales a los hallados por la ecuación 3.7, siendo f la frecuencia a la que medimos el factor de calidad y Δf el ancho de banda, que es la diferencia de frecuencias a las cuales el circuito transmite la mitad de su potencia total [57]. De esta última forma se mide el valor de Q experimentalmente, para lo cual utilizamos un analizador de redes, Network Analyzer AGILENT 8712ET, 300 KHz – 1300 MHz.

Luego se realizó una “sintonía fina de orden cero” agregándole las láminas de Cu, sintonizando todas y cada una de las mallas de manera individual, a la misma frecuencia de 7,239 MHz. Es de destacar que si cada malla de manera individual está sintonizada a esa frecuencia, la BJP completa estará sintonizada, sin shielding, a 3,2 MHz [49].

Entonces se logra el factor de calidad: $Q = 300$

Finalmente se efectuó una “re-sintonización de primer orden”. De esta manera el valor obtenido de es $Q = 306$.

Al aumentar el factor de mérito Q del sensor debe aumentar el ringing (tiempo que la bobina conserva hasta desvanecerse por completo la energía eléctrica de un pulso) de la misma [49].

Se midió entonces el valor de ringing (en milisegundos) de la BJP como para comprobar mediante otro método (indirecto) la optimización del valor de Q.

La Figura 3.7 muestra el tiempo de duración del ringing de la bobina sin el agregado de la sintonía fina de las láminas de Cu excitando el modo de frecuencia mas bajo, medido con pulsos de $50[\mu\text{seg}]$ de ancho simulando un experimento de RCN sin muestra. En el eje x se mide t en segundos.

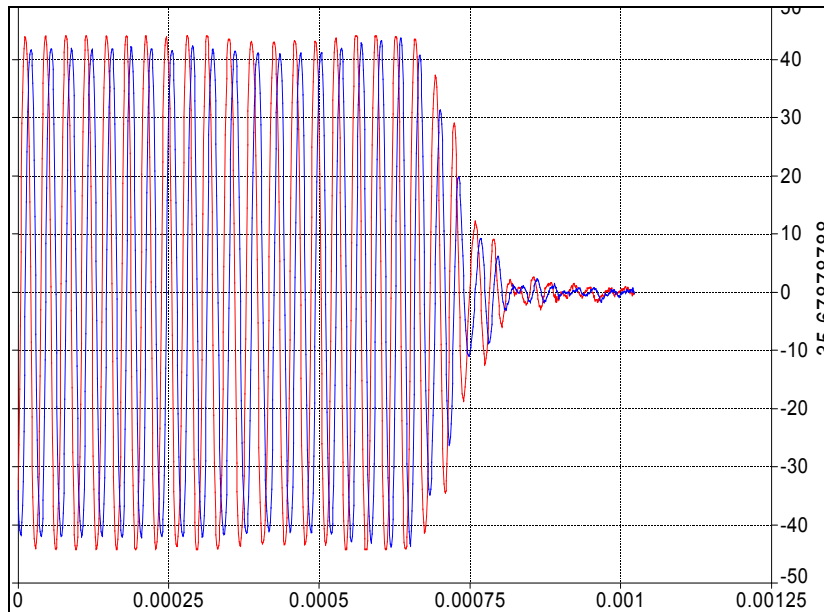


Figura 3.7

Fig. 3.7: Notar el tiempo de duración del ringing de una BJP sin sintonizar con el método propuesto.

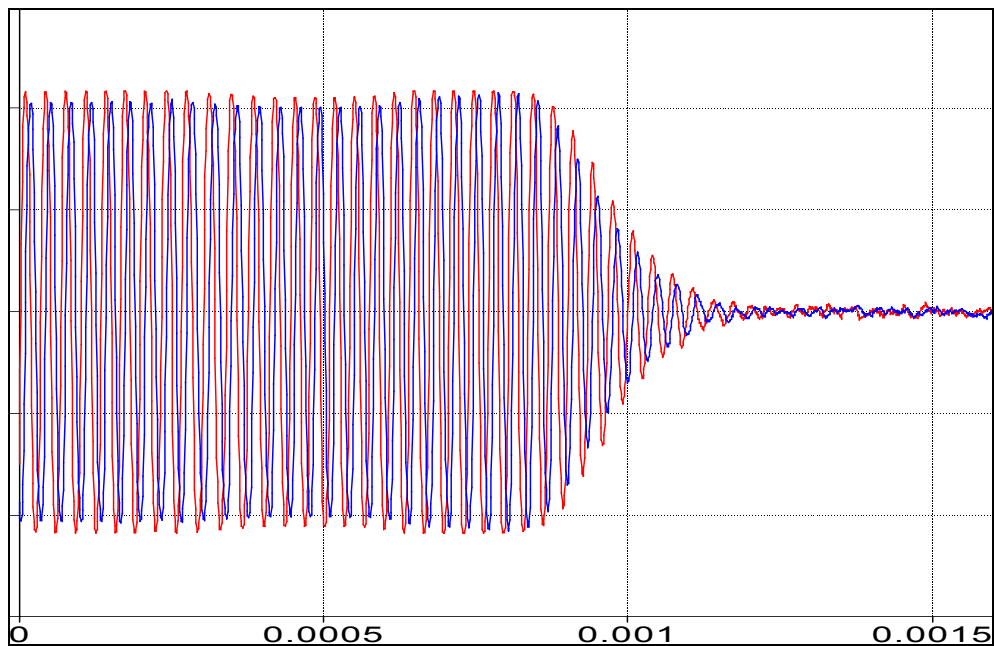


Figura 3.8

Fig. 3.8: Tiempo de duración del ringing medido en una BJP sintonizada con el método propuesto y con una re-sintonía de 1° orden aplicada a la misma.

En la Figura 3.8 se puede observar el ringing de la misma bobina que en el caso anterior medido con pulsos de $50[\mu\text{seg}]$ de ancho simulando un experimento de RCN, sin muestra en la bobina, sintonizada con las láminas de Cu y re-sintonizada en primer orden, ajustando en cada caso la superficie de las láminas de Cu. En el eje x se mide t en segundos.

B - Equipo experimental para la adquisición y el tratamiento de datos.

1. Esquema del equipo de tomografía 1D para RCN

El equipo electrónico utilizado para la obtención de imágenes de materiales granulares comprimidos es el esquematizado en la Figura 3.9.

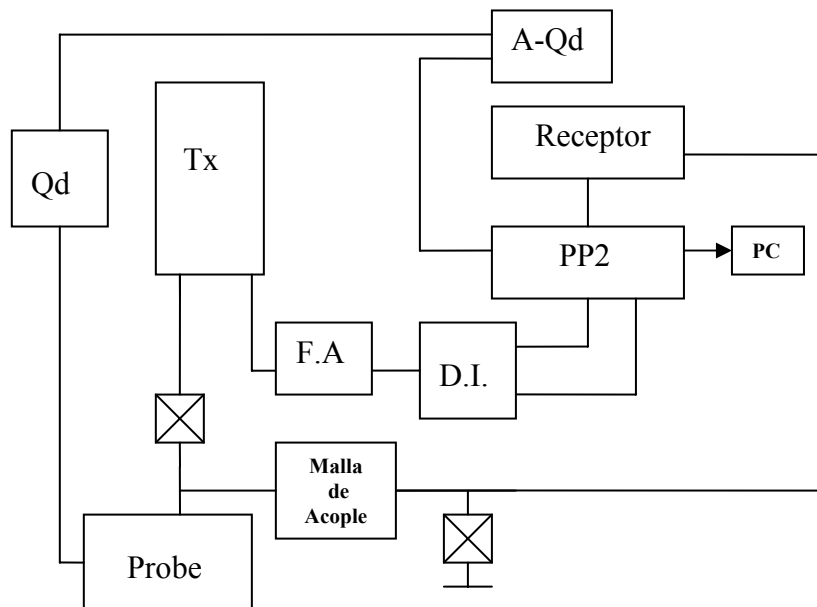


Figura 3.9

Fig. 3.9: Diagrama en bloques del equipo de tomografía 1D para RCN. Las referencias de la Figura pueden leerse abajo

Referencias de la Figura 3.9:

Tx: Transmisor de RF: transmisor de potencia de 600 W.

Receptor: amplificador lineal de RF.

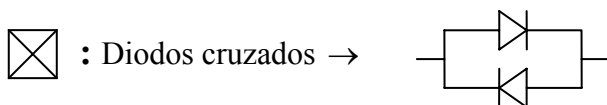
A-Qd: amplificador lineal de RF (para pulso de Q-damper).

DI: Driver de Imágenes; llave de RF con dos entradas, una para ingreso de pulsos de tipo hard (no-selectivos) y otra para ingreso de pulsos de tipo soft (selectivos). Esta última entrada es atenuada activamente en el driver. Esta atenuación se controla externamente a través de de un potenciómetro multivueltas de precisión.

Qd: Q-damper (ver punto 2).

FA: Filtro activo.

Malla de Acople: Protección del equipo.



Todo el equipo que se observa en la Figura 3.9 fue construido especialmente para este trabajo de tesis con apoyo de la sección de ingeniería de SPINLOCK SRL y el laboratorio de electrónica de FaMAF.

2. Q-damper

Un problema experimental planteado en la adquisición de la señal de RCN de polvo de hexametilentetramina fue el tiempo de ringing (tiempo de subsistencia de la energía eléctrica del pulso en la bobina luego de apagado el equipo de excitación) que es muy grande (del orden de los $400\mu\text{seg.}$) y entonces fuè necesario disminuirlo para evitar que se superpongan señal y ringing en la adquisición. Experimentalmente se trabajó con una muestra de polvo que contiene núcleos de ^{14}N , que son los que vamos a observar con esta técnica. La misma es una sustancia cuyas características son:

$$\eta = 0$$
$$T_1 = 8,5(\text{mseg}).y.T_2^{\otimes} = 0,8(\text{mseg}) \quad 3.11$$

Y la frecuencia de RCN es $f = 3,31(\text{Mhz})$

Al ser una frecuencia de RCN relativamente baja, los efectos del ringing de la bobina excitadora-receptora son importantes. Veamos por qué: si pensamos, por ejemplo, en un circuito compuesto por una fuente de tensión ideal, una resistencia y una inductancia en serie (Figura 3.10)

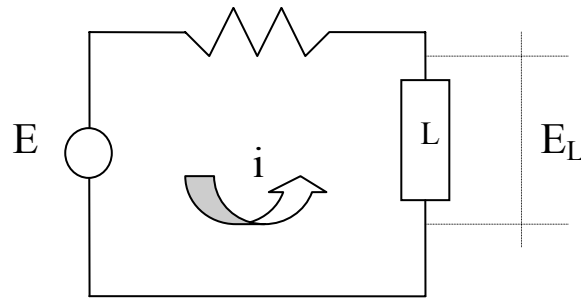


Figura 3.10

Fig. 3.10: Circuito equivalente a la bobina de transmisión-recepción de RCN.

El módulo de la potencia reactiva que administra la inductancia es:

$$\begin{aligned}
 |P(\omega)| &= |E_L \cdot i| \\
 \text{Si } E_L &= V_0 \cdot e^{i\omega t} \\
 \omega L \cdot i &= E_L \rightarrow i = \frac{V_0}{\omega L} \cdot e^{i\omega t} \\
 |P(\omega)| &= \frac{V_0^2}{\omega L}
 \end{aligned}
 \tag{3.12}$$

siendo E_L la tensión en la inductancia y P la potencia entregada por la fuente entretenida en la inductancia. Por lo tanto para frecuencias bajas la potencia puesta en juego en la bobina aumenta, y con ella el ringing. Para resolver este problema se plantea el achicamiento del tiempo de ringing del sensor con la implementación de un dispositivo de Q-Damper.

Tal como lo indica el nombre, se trata de un dispositivo que baja abruptamente el valor del factor de mérito del sensor (Q) durante un breve lapso de tiempo, lo que achica el tiempo de ringing. Para ello se propone un dispositivo como el que está en la Figura 3.11 que es una adaptación de [58] utilizada en esta experiencia.

En la Fig. 3.11 se puede apreciar el circuito de este Q-damper. D1 y D2 son dos diodos PIN, que sólo conducen cuando están polarizados en directa con una tensión igual o superior a los 3V.

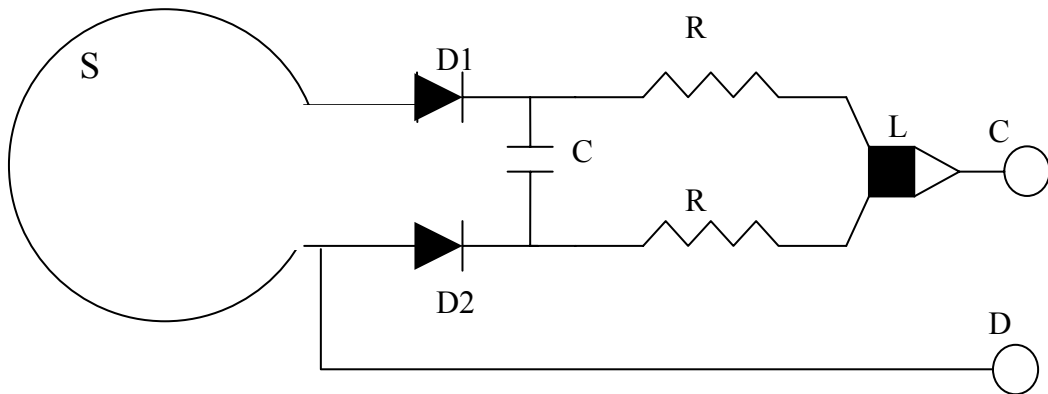


Figura 3.11

Fig.3.11: Circuito de conexión del Q-damper al probe de RCN. S es una bobina acoplada magnéticamente con la bobina de transmisión-recepción de RCN

Los puntos A y B están conectados a una bobina S acoplada magnéticamente con el sensor de recepción del probe; cuando se aplica +5V en el punto D y 0V en el punto C, conducen los diodos y la bobina S se conecta al capacitor C, y S se acopla al sensor del probe, formando dos frecuencias de resonancia del sistema acoplado. Ninguna de ellas es la de RCN, con lo que des-sintoniza el sistema. Las resistencias R se encargan de hacer un *plateau* entre esos dos picos y bajarle al mismo el valor de Q. En la Figura 3.12-a se ve la imagen del pico de resonancia del probe en 3,31 MHz sin Q-Damper, tomada desde un analizador de redes.

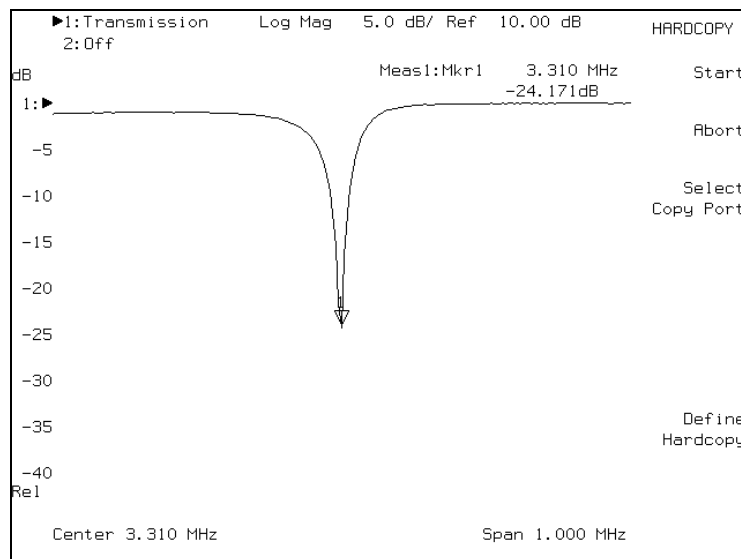


Figura 3.12-a

Figura 3.12-a: Curva de adaptación de frecuencia vista a través de un analizador de redes sin utilizar Q-damper.

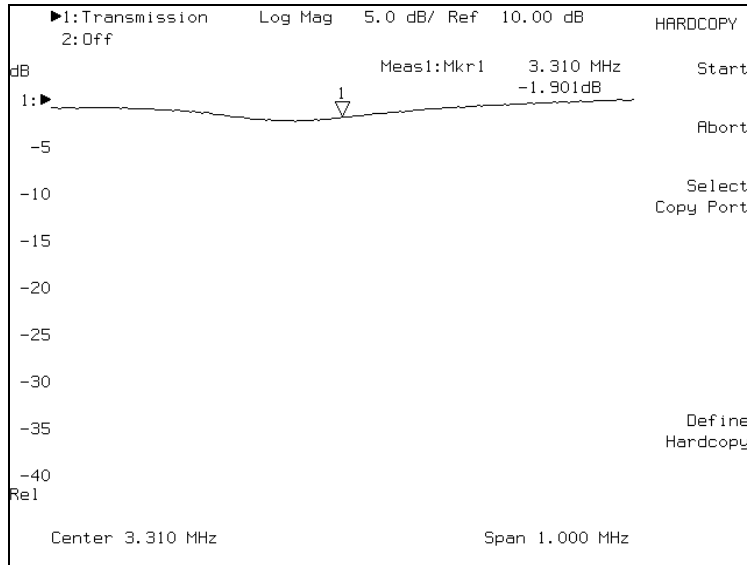


Figura 3.12-b

Figura 3.12-b: igual que la Figura 10.3-a pero con Q-damper.

En la Figura 3.12-b, la misma situación con el Q-Damper encendido.

El pulso (y su ancho) con el cual se comanda el funcionamiento del Q-Damper se programa desde una de las salidas del PP2 y es amplificado previamente de manera lineal, antes de llegar a la bobina S, por el amplificador A-Qd, tal como se puede observar en el esquema de la Figura 3.9.

3- Driver de imágenes (DI)

El driver de imágenes es una llave de RF pero mas sofisticada, con tres entradas y una salida. Las tres entradas se corresponden con

- 1- entrada de RF (referencia).
- 2- entrada de pulso hard.
- 3- entrada de pulso soft.

Puede observarse en la Fig. 3.13 el funcionamiento del driver de imágenes en un diagrama de bloques.

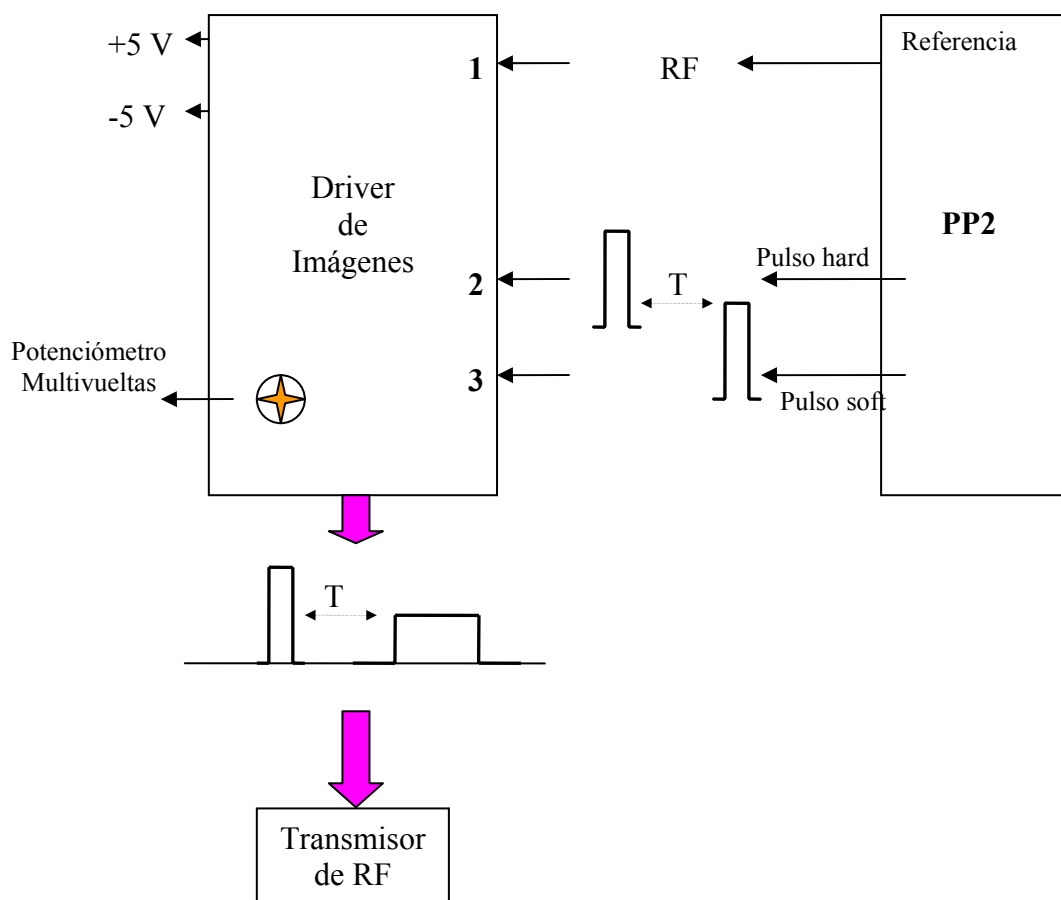


Figura 3.13

Fig. 3.13 Driver de imágenes: llega la RF y dos pulsos del PP2. El DI toma estos dos pulsos en los tiempos reales que llegan y los acomoda en una sola secuencia de pulsos que es la que sale para el transmisor de potencia.

Particularmente al pulso llamado soft el DI lo atenúa en potencia de manera activa, y esta atenuación se controla externamente desde un potenciómetro multivoltas de precisión.

A la salida del driver se tienen todos los pulsos, tanto los de tipo hard (sin atenuar) como los soft (atenuados) conformados ambos por ondas de RF de la frecuencia que ingresa como RF de referencia. Esta salida queda armada como una sola secuencia de pulsos en las cuales los pulsos de tipo soft y los de tipo hard son combinados respetando la diferencia de tiempos entre ambos a la salida del DI.

4 – Adaptación del tomógrafo a la prensa hidráulica

Toda la adaptación, tanto mecánica como eléctrica del equipo de RCN a la prensa hidráulica, como también el probe fueron diseñadas y construidas en el laboratorio especialmente para este trabajo de tesis con el apoyo del taller mecánico, de soldadura y tornería de la Facultad.

Para diseñar esta adaptación hubo que tener en cuenta los valores de presión máxima que se utilizaron en la experiencia, como así también el diseño de los lugares físicos correspondientes para que todas las partes tengan su lugar sin provocar situaciones de conflicto severas (por ejemplo que incrementen la relación señal-ruido de la experiencia final).

En las Figuras 3.15 y 3.16 se observa cómo es el dispositivo de guías de acrílico que se diseñó y construyó para poder extraer el probe y posicionarlo respecto al eje de la prensa todas las veces que sea necesario sin perder la referencia que significa este eje; el pistón, también construido de acrílico, está unido a través de un encastre al eje de la prensa hidráulica con la cuál se realiza presión sobre la muestra, ésta última ubicada en la parte pintada de amarillo de la Figura 3.16.

El porta-muestras de referencia fue diseñado para poder obtener señal de la muestra sin aplicarle presión, por ejemplo mientras la muestra del cilindro está siendo comprimida por la prensa.

El probe está aislado eléctricamente por encontrarse dispuesto el mismo dentro de una caja de aluminio que oficia de shielding, la cual se conecta con el exterior a través de conectores superficiales. Esta caja está embutida en la prensa y alineada con el eje de la misma.

Es de destacar que para poder medir la relación funcional existente entre la presión aplicada a una muestra de hexametilentetramina en función a la variación de frecuencia de RCN, se construyó un probe especial que será descrito cuando se relate esta parte de la experiencia.

Las medidas de la Figura 3.16 están puestas en milímetros.



Figura 3.14

Fig.3.14: Disposición del conjunto del equipo de RCN, con sus conexiones, en relación a la disposición de la prensa hidráulica.



Figura 3.15

Fig. 3.15: Detalle de la ubicación del probe en la prensa hidráulica. Se aprecian las guías de acrílico que sirven para posicionar correctamente el probe respecto al eje de la prensa hidráulica.

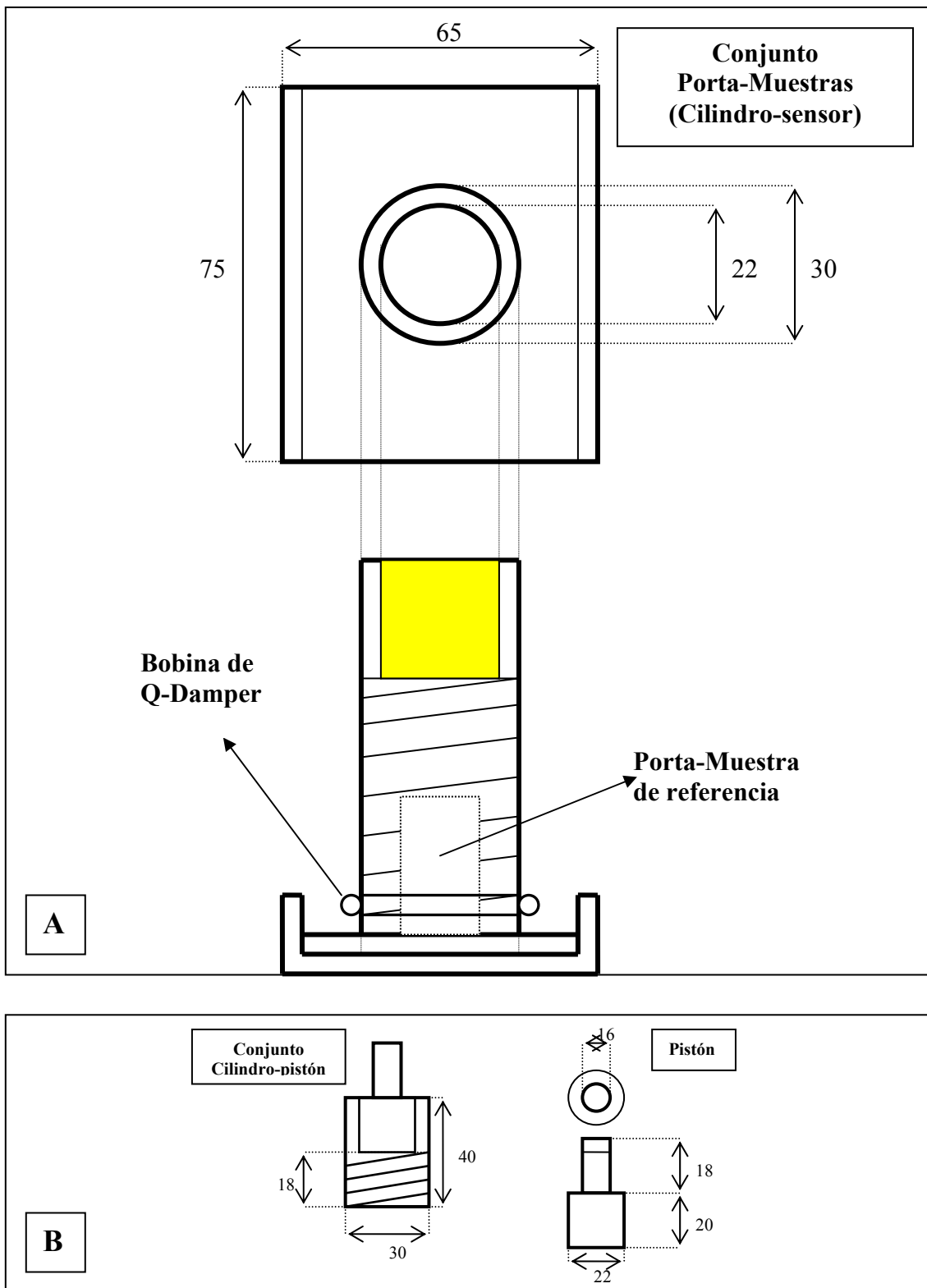


Figura 3.16

Fig. 3.16: Plano del probe para adaptar el equipo de RCN a la prensa hidráulica.

A: Conjunto Porta-Muestras

B: Conjunto Cilindro-Pistón.

C. Demultiplexor de Potencia [59]

1. Introducción

Una de las limitaciones experimentales cuando se diseñan pruebas de laboratorio, tanto en RMN como en RCN, es que si se necesita alimentar mas de un sensor (supongamos del mismo probe) para excitar la misma o distintas muestras desde una sola secuencia de pulsos, se debe utilizar un transmisor de RF para alimentar cada uno de estos sensores y adecuar una forma de sincronizar el funcionamiento de los mismos.

El Demultiplexor de Potencia (DP) es un aporte original realizado en este trabajo de tesis que viene a resolver este problema.

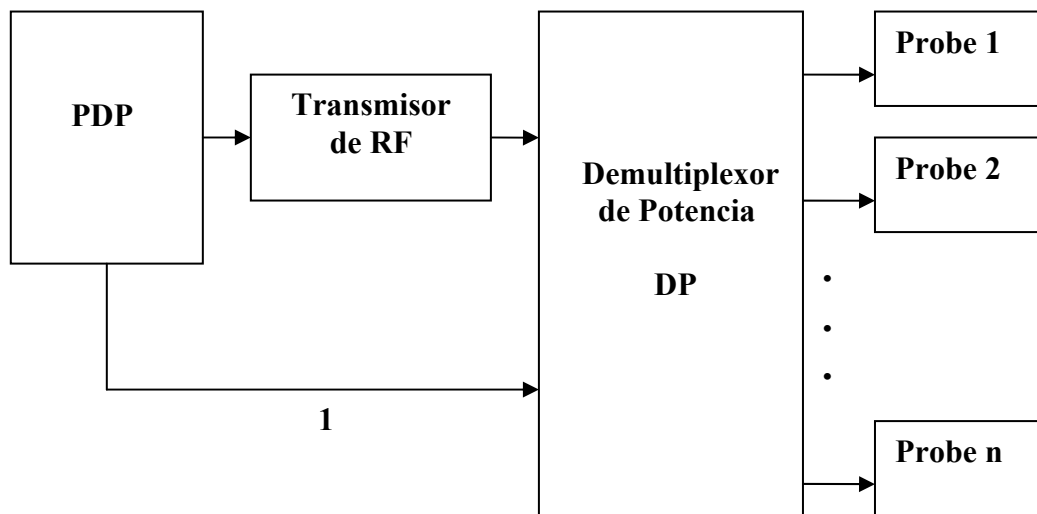


Figura 3.17

Fig.3.17: Diagrama en bloques donde se aprecia el lugar que ocupa el DP en una experiencia de RCN o de RMN.

El DP es un aparato y un método de programación; el aparato va ubicado entre el Transmisor de RF y el (o los) probe(s), y su función es permitir alimentar dos o mas probes, ó bobinas de un mismo probe, con un solo Transmisor de RF, controlando todo el proceso desde una sola secuencia de pulsos (Figura 3.17).

Al DP ingresa una sola secuencia de pulsos de RF, que viene del transmisor de RF y éste decide digitalmente (utilizando pulsos TTL de control que ingresan desde el programador de pulsos, conexión 1 en la Figura 16) a cual de los probe o sensor del mismo probe le entrega cada uno de los pulsos de la secuencia programada.

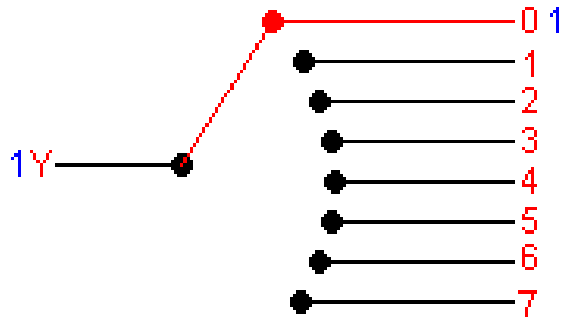


Figura 3.18

Fig.3.18: Esquema de funcionamiento del DP

En la Figura 3.18 se observa un esquema de su funcionamiento. La salida del transmisor de RF y entrada al DP es 1Y y las posibles salidas son las numeradas de 0 a 7. La selección se realiza digitalmente.

Es de destacar que a cada sensor el DP le entrega toda la potencia de salida del Tx.

El cambio de un sensor a otro (diferencia temporal entre dos pulsos de la secuencia) lo realiza en un tiempo del orden de los $10[\mu\text{seg}]$.

2. Control del DP

El control del DP se realiza con pulsos TTL que emite el programador de pulsos y los mismos se programan en la secuencia de pulsos habitual, desde el software correspondiente al PDP. Hay tantos pulsos TTL como probes ò bobinas a alimentar.

Se explicará en este trabajo como construir una secuencia de pulsos que alimente dos bobinas con un solo transmisor de RF.

Si se quiere aumentar el número de sensores alimentados con el mismo transmisor, sólo se repiten estos pasos tantas veces como sea necesario:

La programación de la secuencia de pulsos que saldrá del PDP debe hacerse respetando la siguiente modalidad, esquematizada en la Figura 3.19.

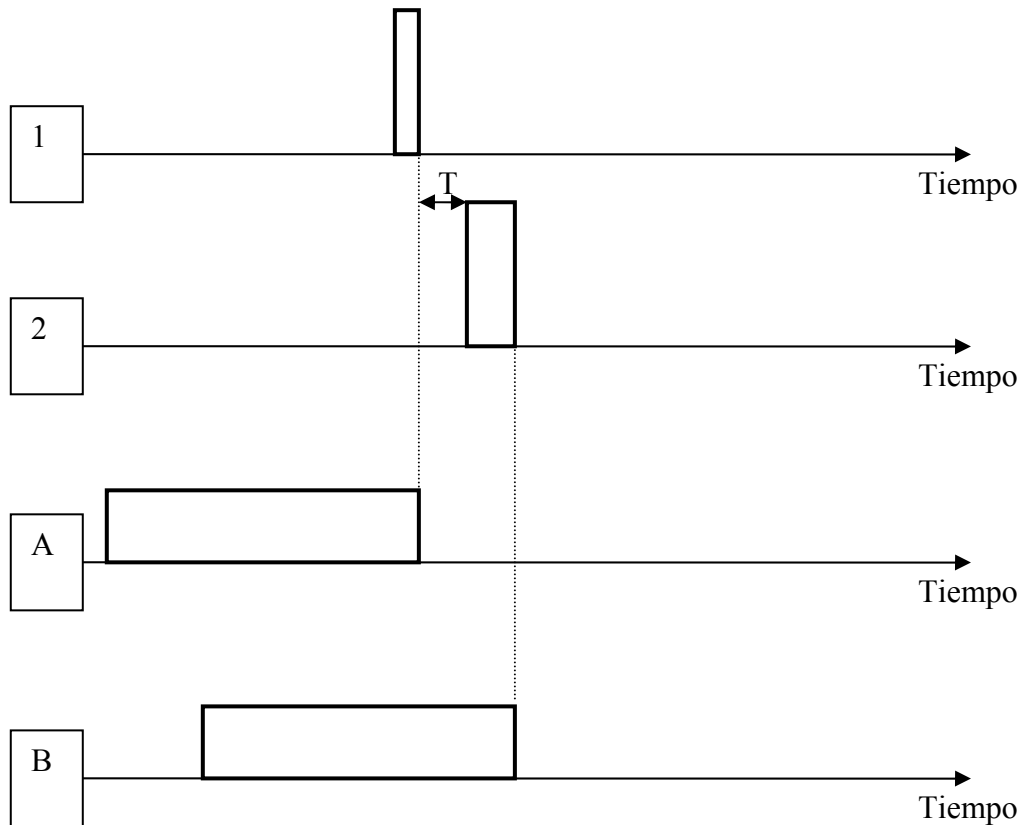


Figura 3.19

Fig. 3.19: Programación de la secuencia de pulsos para el funcionamiento correcto del DP.

En la Figura 3.19, llamamos 1 al pulso que entra al transmisor de RF y queremos que salga del DP para alimentar el probe 1; llamamos 2 al pulso que entra al transmisor de RF pero queremos que salga del DP para alimentar el probe 2.

Le llamamos A al pulso TTL que controla para que probe queremos que salga el pulso 1 y B al pulso TTL que controla para que probe queremos que salga el pulso 2.

Los anchos de los pulsos 1 y 2, como así también las frecuencias de la RF que componen dichos pulsos, pueden ser diferentes.

El ancho del pulso A debe ser de

$$275[\mu\text{seg}] + \text{ancho del pulso 1}$$

El ancho del pulso B debe ser de

$$275[\mu\text{seg}] + \text{ancho del pulso 2}$$

Estos dos pulsos TTL deben alimentar la parte de control del DP.

El tiempo T entre pulsos puede ser igual o mayor que $10[\mu\text{seg}]$.

3. Circuito

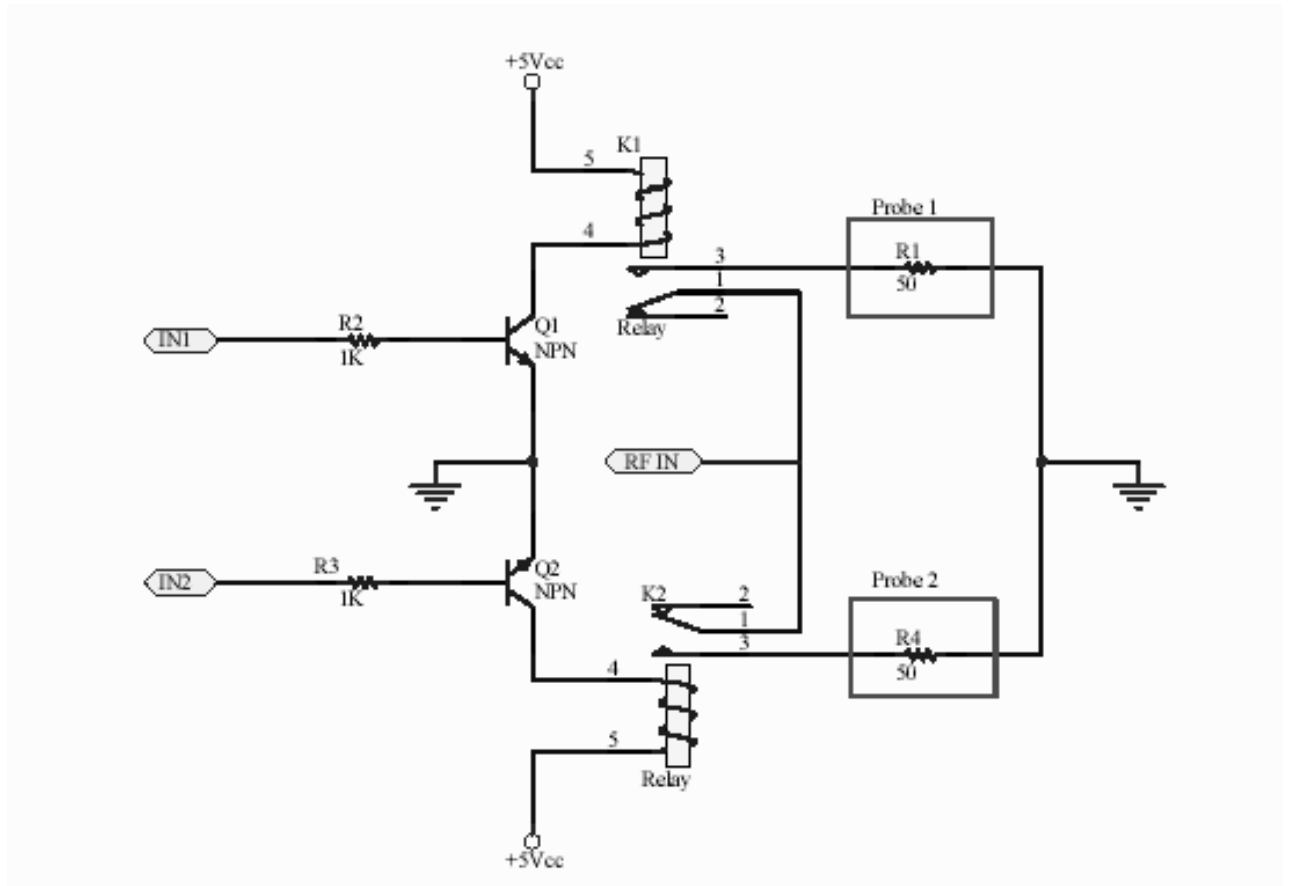


Figura 3.20

Fig.3.20: Referencias: *K1 y K2 son reed-relays normalmente abiertos de 4 contactos de 1(A) c/u.
*IN1 e IN2 van a los pulsos TTL de control.
*RF IN es la entrada (potencia de RF) de Tx.

Cuando el pulso TTL de control ingresa por la entrada IN 1, se activa el reed-relay K1 y deja pasar toda la potencia al probe 1. Lo mismo sucede al activar el reed-relay K2 a través de la entrada IN 2.

4. Resultados experimentales

Este aparato puede ser utilizado para distintos rangos de frecuencias, puede tener dos ó más salidas para dos o más cantidad de probes, funcionando cada uno de ellos a frecuencias diferentes.

Particularmente se lo ha probado con frecuencias entre 1 a 50 MHz.

Produce eficientemente el corte y la habilitación, de tal manera de no dejar pasar prácticamente nada de potencia, ni siquiera ruido cuando está apagado.

Puede controlar y separar en distintos canales pulsos que estén separados entre si por 10 ó más microsegundos.

Se reporta aquí el funcionamiento del DP alimentado con un transmisor de RF de 600 (Watts) de potencia y dos probes diferentes.

Se implementó la siguiente secuencia de pulsos:

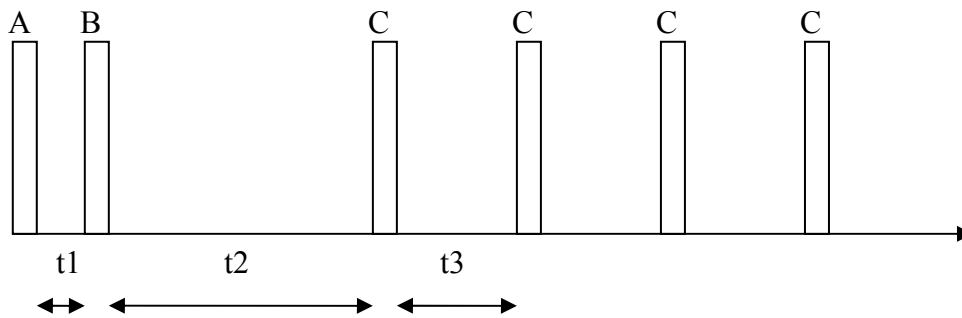


Figura 3.21

Fig. 3.21: Secuencia de pulsos introducida en el DP. Los pulsos A y C deberían salir por un mismo canal, y el pulso B, que está a 40 microseg. de A, por otro canal.

Todos los pulsos C son del mismo ancho y separación (es un tren de 4 pulsos). Los pulsos A y C deben salir por un canal (probe 1) y el pulso B por otro (probe 2).

Los valores de los anchos de pulsos y de los tiempos entre ellos que se aprecian en la Figura 3.21 son los siguientes:

$$A = 50(\mu\text{seg})$$

$$B = 25(\mu\text{seg})$$

$$C = 12(\mu\text{seg})$$

$$t_1 = 40(\mu\text{seg})$$

$$t_2 = 400(\mu\text{seg})$$

$$t_3 = 100(\mu\text{seg})$$

En la Figura 3.22 pueden observarse todos los pulsos saliendo por sus respectivos canales vistos en el osciloscopio, en la Figura 3.23 se puede ver un mejor detalle de los pulsos, y en la Figura 3.24 un mejor detalle de los primeros dos pulsos que van por salidas diferentes.

Se trabajó en una frecuencia de 3,31 (MHz). Los pulsos TTL fueron generados por un generador de pulsos del tipo PP2 de 16 canales independientes de pulsos TTL.

El osciloscopio utilizado es un Tektronix TDS 1001B de dos canales, y fue ubicado cada canal en cada probe con sus respectivos atenuadores.

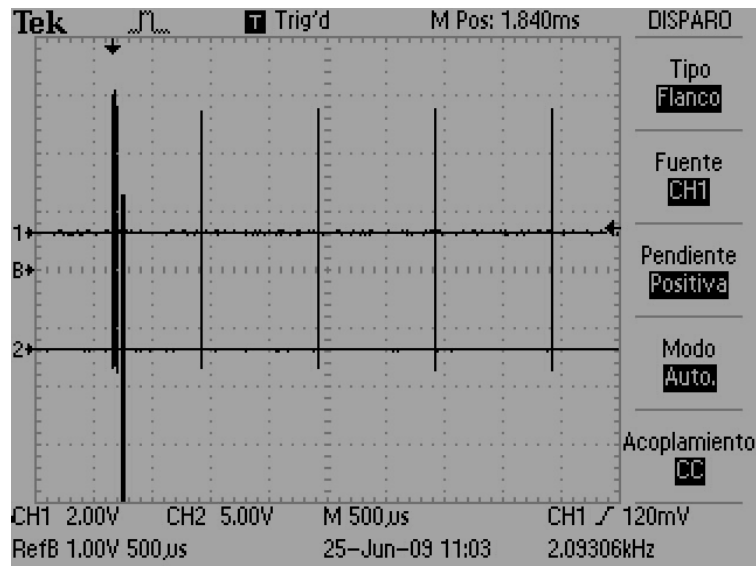


Figura 3,22

Fig. 21.3: Secuencia de pulsos en una imagen del osciloscopio. Se pueden apreciar las diferencias de canales por los que sale cada pulso.

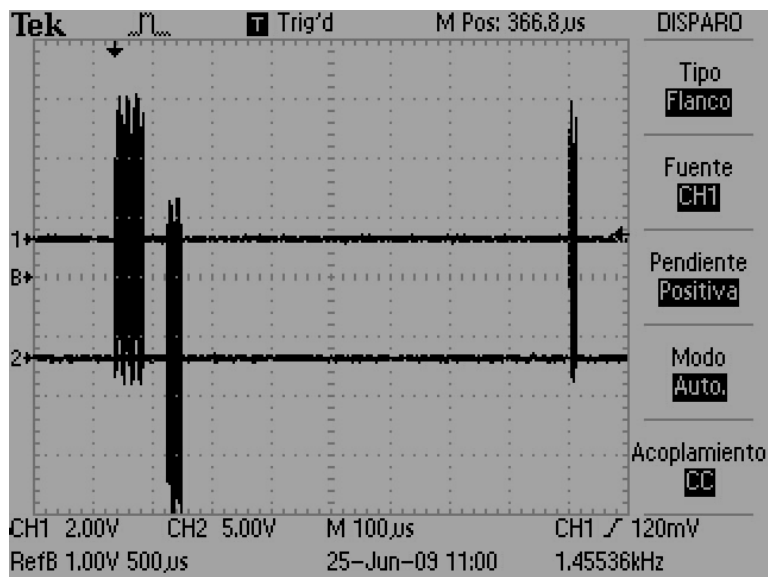


Figura 3.23

Fig.22.3: Primeros tres pulsos con mejor detalle.

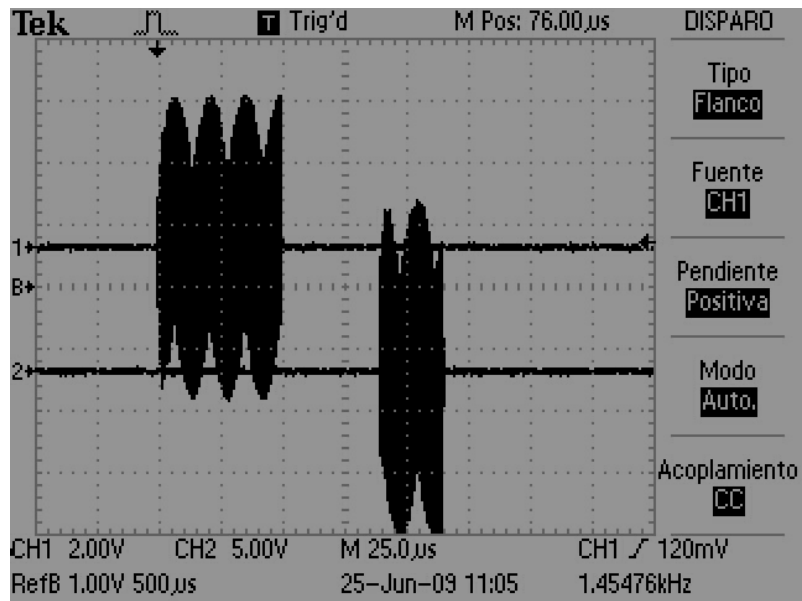


Figura 3.24

Fig. 23.3: En esta figura se puede apreciar en mejor detalle los dos primeros pulsos, uno en cada canal, y como el DP elige los canales de salida en sólo 40 microseg. La aparente modulación en la amplitud de los pulsos es debido al efecto de aliasing sobre la figura del osciloscopio.

Capítulo IV

Resultados Experimentales

1. Imágenes con $I = 1$

La situación ideal es que no haya variación de temperatura durante los experimentos, situación que se aproxima garantizando una buena relación señal-ruido (S/R), lo que permitió promediar pocas veces (5 veces), por lo que la variación de la temperatura debido a la aplicación de los pulsos se vuelve despreciables. De todas maneras se controló de manera rudimentaria la temperatura con un termómetro de ambiente de columna de Hg. para construir experimentalmente las imágenes.

La bobina de la Figura 3.16 actúa como sensor superficial de excitación-recepción.

El análisis electromagnético del sensor puede consultarse en el Anexo II. El porta-muestras de referencia se utilizó para encontrar el ancho del pulso de saturación en las condiciones de la experiencia, que resultó ser de $21(\mu\text{seg})$.

El procedimiento para la obtención de una imagen es el siguiente:

1. Se adquiere la FID para cada ancho de pulso.
2. Se realiza una corrección de fase de orden cero.
3. Se ejecuta la FFT y se elige la parte de absorción del espectro (parte real de la FFT).
4. Se grafican estos valores en función del ancho de pulso utilizado y se obtiene de esta forma la pseudo-FID. Para construir la pseudo-FID se tomaron 48 puntos comenzando con un ancho de pulso de $12,5(\mu\text{seg})$ y variando el mismo con un $\Delta = 12,5(\mu\text{seg})$ hasta llegar a un ancho de pulso de $600(\mu\text{seg})$.
5. Se aplica la FFT a esta pseudo-FID, se elige su parte real y ésta es la imagen obtenida.

Al realizar la imagen de dos objetos, que fueron representados por dos cilindros de hexametilentetramina separados por una rodaja de plástico, siguiendo el procedimiento descrito, se obtuvo la pseudo-FID que se ve en la Figura 4.1-a y la imagen de la Figura 4.1-b.

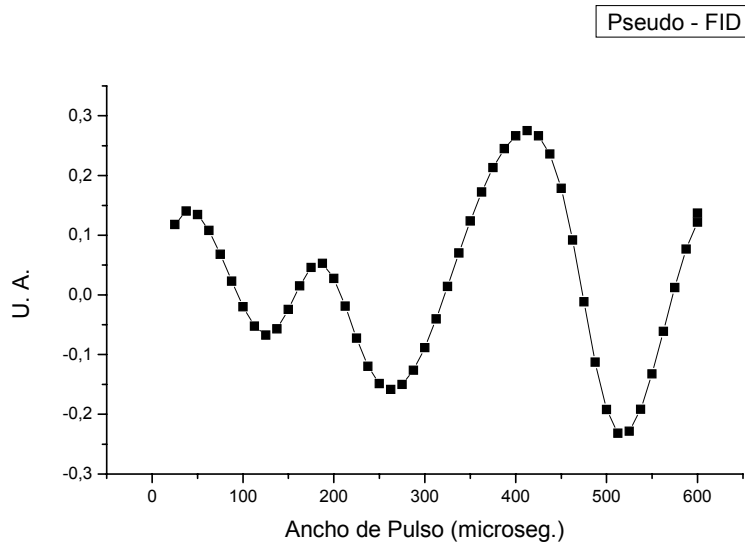


Figura 4.1-a

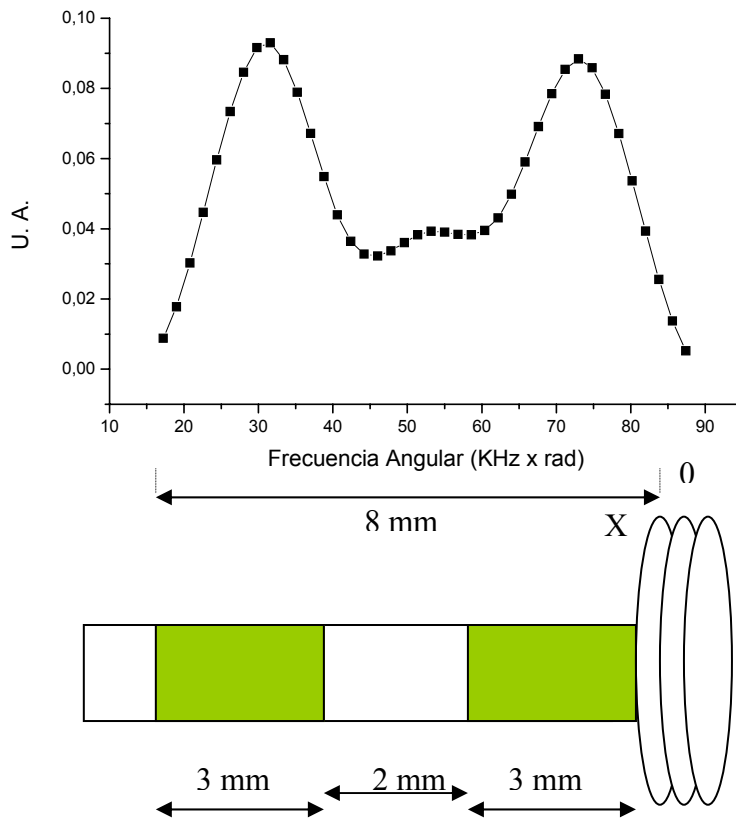


Figura 4.1-b

Figuras 4.1-a: se puede apreciar la Pseudo-FID.

Figura 4.1-b: se puede apreciar el porta-muestras con la muestra en la posición original .

En la Figura 4.1-b se puede apreciar la disposición del probe con la muestra (de color verde), el sensor a la derecha y la imagen en 1D lograda con este método.

Se tiene el máximo de un pico en 31,6 (KHz.rad) y el máximo del otro en 72,85 (KHz.rad).

El eje x marca una coordenada espacial. El gradiente en su parte lineal (ver Anexo II) vale

$$f_1 = \frac{2}{2 \cdot \pi \cdot t_{sat}} = \frac{\omega_1}{2\pi} = \frac{95(KHz.rad)}{2\pi} = 15,12(KHz)$$

$$gradiente = g \approx -3,9 \left(\frac{mTeslas}{cm} \right) \approx -75 \left(\frac{KHz.rad}{cm} \right) \quad 4.1$$

$$r_{bobina} = 1(cm)$$

dónde t_{sat} es el ancho del pulso de saturación.

2. Imágenes rápidas con I = 1. SEXI.

Un problema que se planteó para la implementación de este método: el ringing (tiempo de subsistencia de la energía eléctrica del pulso en la bobina luego de apagado el equipo de excitación) es muy grande y por lo tanto no se alcanza a adquirir la cantidad de puntos necesarios en el tiempo de realización de la experiencia con la secuencia SEXI.

Se utilizó para bajar el tiempo de ringing el Q-damper descrito anteriormente, pero al mismo tiempo se atenuó la potencia de salida del transmisor de tal manera de ayudar a disminuir la duración del tiempo de ringing.

De esta manera se obtuvo un pulso de saturación ($\pi/2$) a los 31(μseg). Con este pulso se adquirió señal con un tiempo muerto de 255(μseg). Al aplicar el Q-damper se logró bajar este tiempo muerto hasta los 150(μseg). Contabilizando que el tiempo de relajación durante los periodos de evolución libre en SEXI es del orden de $2.T_2$ [20], es que se adquirieron sólo 7 puntos, disminuyendo así la resolución alcanzada de la imagen en relación a la adquisición de la imagen con el método anterior.

Realizando SEXI con 7 pulsos de 20(μseg) se obtuvo la siguiente imagen, graficada en Unidades Arbitrarias vs. $\omega_1 [KHz.rad]$.

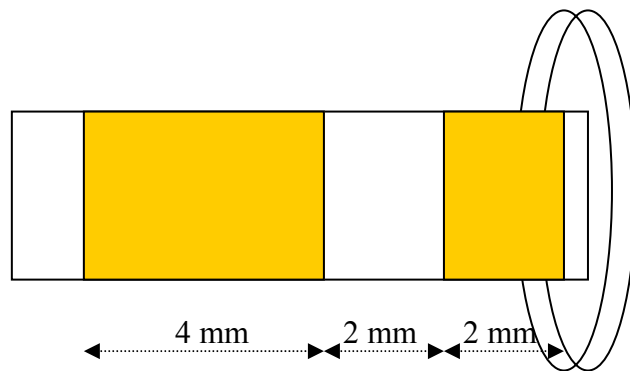
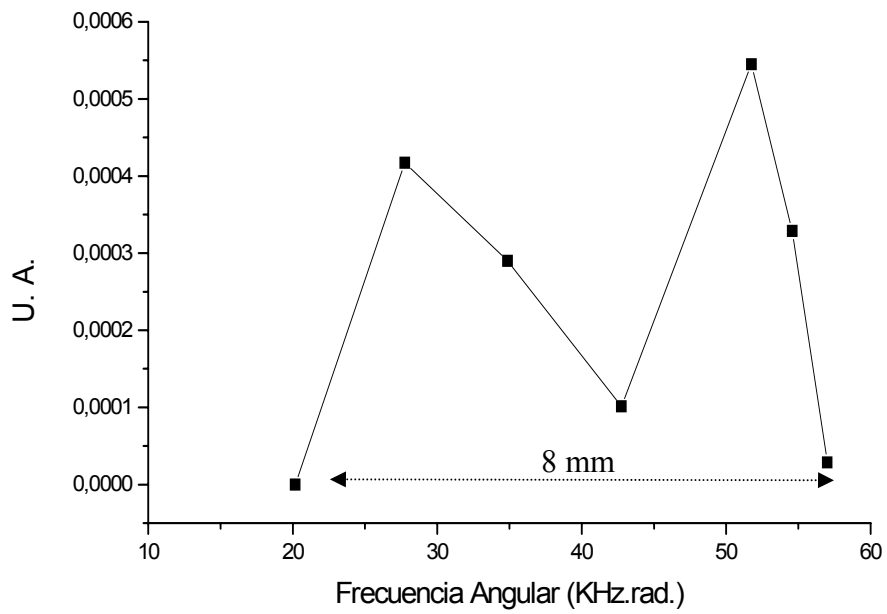


Figura 4.2

Figura 4.2: Se puede observar la imagen obtenida con SEXI. Se observa el porta-muestra con la muestra en la posición original en relación a la bobina.

Se puede ver en la Figura 4.2 que la muestra está puesta en color amarillo... El ancho que toma la imagen es en total (con los dos picos) de unos 8 mm. Se puede apreciar la ubicación del sensor a la derecha de la figura.

3. Relación de la frecuencia de RCN de la hexametilentetramina ($C_6 H_{12} N_4$) con la presión.

Para realizar las imágenes de la distribución interna de las tensiones internas de un cilindro de material granular comprimido, es necesario poder contar con la forma funcional que relacione la presión a la que está sometida la muestra con la frecuencia de RCN a esa presión.

Existen explicaciones teóricas y experimentos realizados que confirman [60] que para presiones que oscilan entre valores similares a los que vamos a trabajar nosotros (de 0 hasta un poco menos de 20 Kg/cm^2) la relación es de tipo lineal para el $KClO_2$, para el $Cu_2 O$, y para el $p\text{-}C_6H_4 Cl_2$. Por lo tanto para estas sustancias, en las condiciones del experimento planteado, la relación es del tipo

$$f = f_{P=0} + b.P \quad 4.2$$

donde f es la frecuencia de RCN buscada a la presión P , $f_{P=0}$ es la frecuencia de RCN de esa muestra sin presión aplicada (sólo actuando la presión atmosférica) y P es la presión externa aplicada a la muestra a través del sistema pistón-cilindro. En nuestro caso la muestra es un polvo.

Algunos datos del polvo de $C_6 H_{12} N_4$ utilizado:

- a. para ser tamizado, se necesita una malla de tipo US 200 [61], que requiere de un tamiz de malla cuadrada con un espacio de luz de 0,074 mm, densidad: $1300 [Kg / m^3]$;
- b. no se polimeriza [62].

Para comprobar el funcionamiento de la fórmula propuesta en el caso de la hexametilentetramina, se procedió al diseño de la siguiente experiencia:

- a- se prepara una mezcla de polvo de este material con una goma adhesiva que sirve de matriz (comercialmente llamada Fastix). La mezcla se realizó con poca cantidad de hexametilentetramina de tal manera de evitar que los granos de polvo no se toquen entre si. Al no existir contacto entre los granos de polvo, la presión a la que está siendo sometido cada grano es la misma y de esta manera estaremos viendo el corrimiento en frecuencia puro por el efecto de la presión. Se debe dejar fraguar tres días la mezcla, para que el mismo sea parejo. Si esto no es así, los cilindros se parten y desgranar al comprimirlos;
- b- con esta mezcla se fabricaron moldes de forma cilíndrica de goma con partículas de polvo en su interior. Para hacer los mismos se utilizaron cilindros de plástico previamente engrasados con grasa de litio, que se rompían para sacar los cilindros de la mezcla.

- c- se introduce la mezcla en el cilindro del probe diseñado y construido al efecto (Figura 4.3) con el cilindro previamente engrasado con grasa de litio, de tal manera de evitar que se pegue la mezcla al cilindro y con el sistema pistón-prensa hidráulica se le proporciona una presión.
- d- se va modificando la frecuencia de resonancia desde la PC, a través del programa utilizado al efecto (*Cóndor* en este caso, de SPINLOCK SRL) y se busca la frecuencia de mejor señal. Para la comparación de las señales se utilizan programas de procesamiento de señales.
- e- Se trabajó con el equipo de transmisión-recepción detallado en el Capítulo III de esta tesis, al cual se le diseñó y construyó un probe nuevo y especial para esta experiencia.

De esta manera se observa el corrimiento de la frecuencia de RCN de la muestra por efecto del cambio del gradiente de campo eléctrico en cada uno de los núcleos atómicos, y esos efectos se están promediando en todas las direcciones, que son todas las direcciones posibles del EFG-PAS en la muestra analizada.

Los primeros en realizar experimentos de medición por espectroscopia de RF con muestras de polvo difundidas en polímeros fueron Gutowsky [63] y Llewit y Mazelsky [64].

Para la realización de esta experiencia se construyó un probe especial, cuyo diseño se puede apreciar en la Figura 4.3. En rojo se puede ver el pistón a través del cual se realiza la presión. En el probe se construyó un porta-muestra aislado de la zona que tiene presión, para que sirva de referencia.

El dispositivo de la Figura 4.3 se adaptó para ser conectado mecánicamente en la prensa hidráulica conservando la posición del eje de la misma. Este dispositivo puede centrarse fácilmente respecto al eje de la prensa cada vez que se extrae o se coloca para realizar la experiencia, a través de un sistema de guías de plástico diseñadas al efecto. Todo el dispositivo fue construido en acrílico, que no tiene señal de RCN observable en las condiciones de la experiencia.

Al mismo tiempo la prensa hidráulica fue adaptada de tal forma de que el probe descrito anteriormente permanezca absolutamente aislado eléctricamente del exterior, al ser alojado dentro de una caja (shielding) de aluminio que permite la conexión eléctrica del interior del probe con el equipo exterior a través de conectores ubicados en una de las caras extraíbles de la caja de aluminio.

Es importante destacar que, debido a la relación entre los diámetros de la manguera hidráulica utilizada en la cual se conectó el manómetro y del pistón, es necesario dividir la presión leída por el manómetro por 3,57 para obtener la medida de la presión real sobre la muestra.

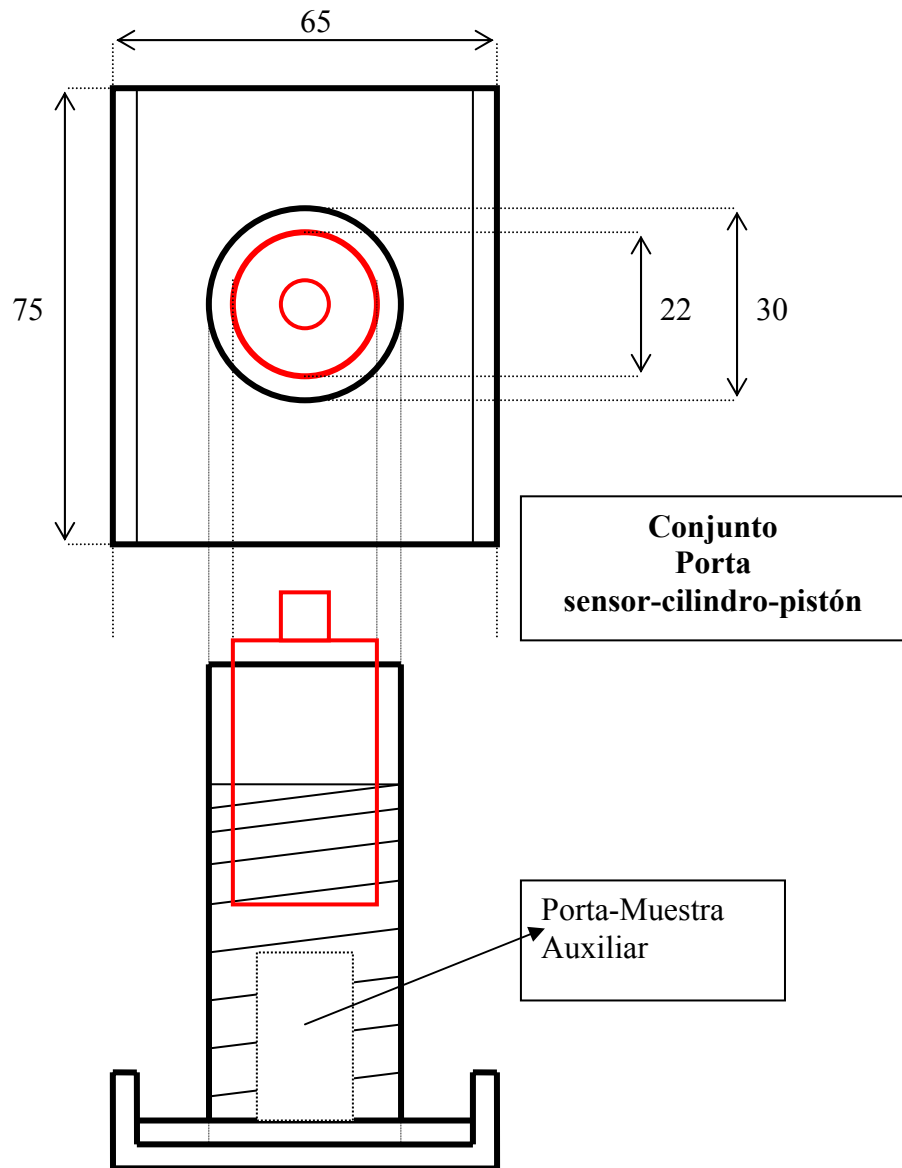


Figura 4.3

Fig. 4.3: Se puede apreciar el diseño del probe para la experiencia relatada. Particularmente se pensó en la introducción en el diseño de un porta muestra auxiliar que sirve para tener señal de muestra sin presión.

Los resultados obtenidos son los reflejados en la Figura 4.4 en la que se grafica $(f - f_0)$ en KHz vs. P en (Kg/cm^2) ,

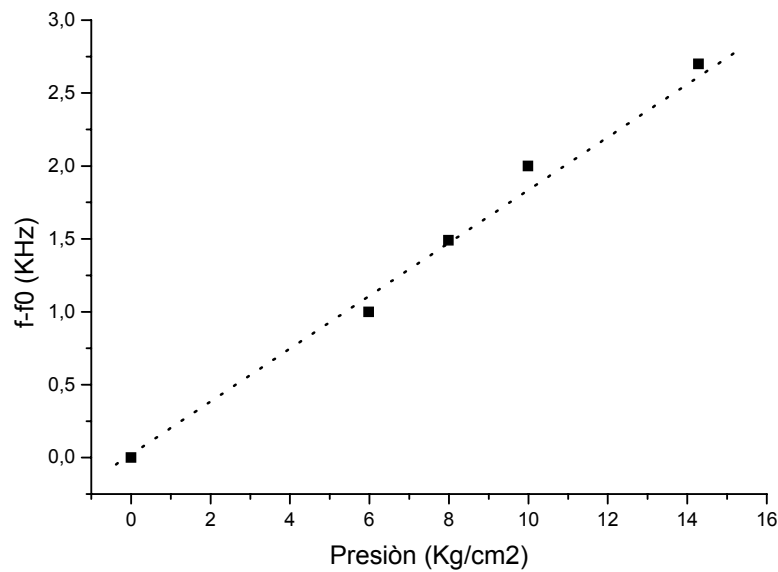


Figura 4.4

Fig. 4.4.: En el gráfico se puede apreciar cómo varía la frecuencia pura de RCN con la variación de la presión.

$$f = f_0 + b.P$$

$$b = \frac{f - f_0}{P} = 0,18 \pm 0,03 \left(\frac{\text{KHz}}{\text{kg/cm}^2} \right) \quad 4.3$$

4. Efectos de ensanchamiento de la línea de RCN en una muestra granular al aplicarle presión externa a la muestra.

Al aplicarle presión externa a una muestra de material granular, en nuestro caso de hexametilentetramina, se constata un corrimiento del centro de la línea de frecuencia de RCN que sigue la ley lineal expresada en el punto anterior y también la misma sufre un ensanchamiento [24], ya que las distintas presiones locales ahora existentes producen una distribución de tensiones internas, y por lo tanto una distribución de frecuencias de RCN que se expresa finalmente en tal ensanchamiento.

El pico que se obtuvo con la muestra ubicada en la posición observada en la Figura 4.3 sin aplicarle presión externa, es el que se observa en la Figura 4.5-a.

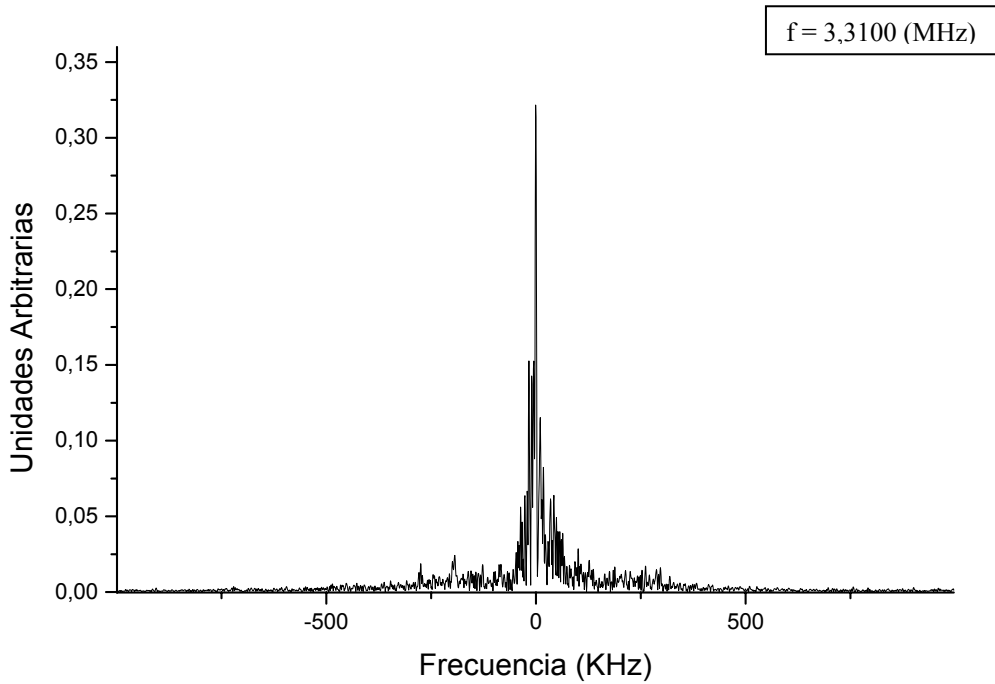


Figura 4.5-a

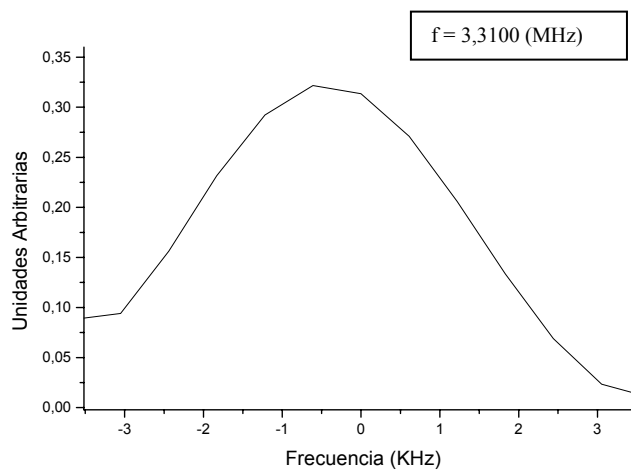


Figura 4.5-b

Fig. 4.5-a: Línea de RCN con una muestra de hexametilentetramina.

Fig. 4.5-b: Detalle del pico de la Fig. 4.5-a.

En la Figura 4.6 puede observarse el pico de RCN con la muestra en la misma posición pero con una presión aplicada de $11,20 \text{ Kg/cm}^2$. En la Figura 4.7, puesta en la misma escala y con la misma ventana que la Fig. 4.5-b, se aprecia un detalle de la Fig. 4.6, donde se observa la desaparición del pico de RCN: al aplicarle una presión externa a la muestra el pico de la Fig. 4.6 se ensancha por la aparición de una distribución de tensiones internas entre los granos de la muestra que se expresa en una distribución de frecuencias de RCN de la hexametilentetramina.

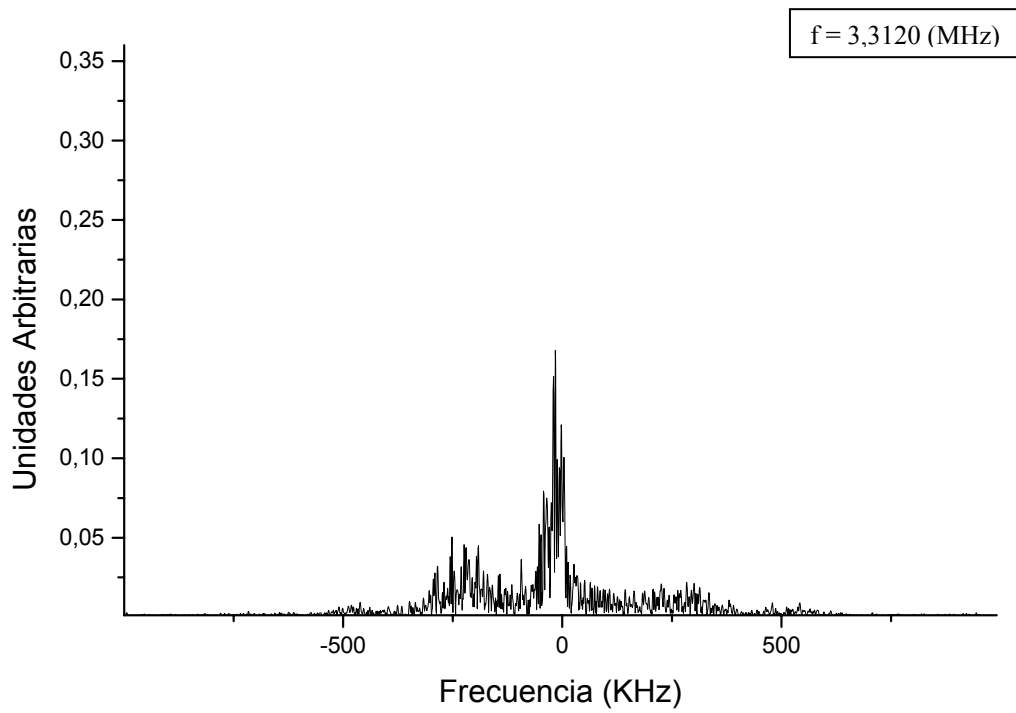


Figura 4.6

Fig. 4.6: Línea de RCN con una muestra de hexametilentetramina con presión

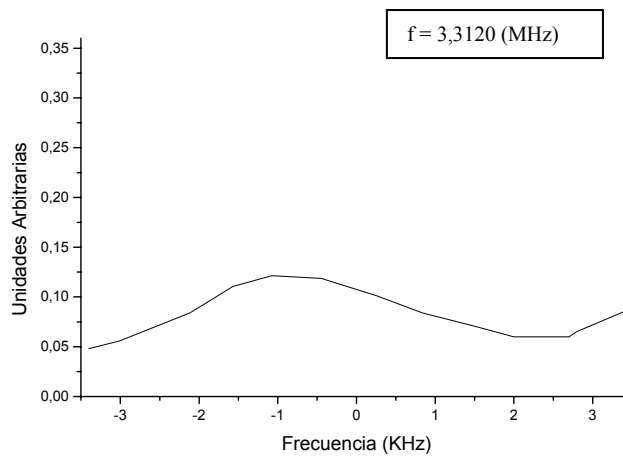


Figura 4.7

Fig. 4.7: Detalle de la Fig. 4.6 en la misma escala que la Fig. 4.5-b. Notar la desaparición del pico de RCN al aplicarle una presión externa a la muestra.

5. Estudio de la distribución de tensiones internas en materiales granulares con pISRC.

Existe una distribución de frecuencias (una distribución de tensiones) en el material granular comprimido, tal como se puede deducir de interpretar el modelo KSPH y al apreciar el ensanchamiento de la línea de RCN cuando se le aplica una presión externa a la muestra; entonces si se construyen imágenes 1D con pulsos selectivos (punto 3 del Capítulo 1) podremos determinar el posicionamiento de las diversas tensiones internas (frecuencias) existentes sobre el eje del cilindro (pISRC).

Para construir un pulso selectivo, por ejemplo uno de saturación (un pulso soft o selectivo de $\frac{\pi}{2}$), hacemos que el mismo tenga la misma área visto en el osciloscopio (ancho de pulso en tiempo por altura en voltaje) que tiene el pulso de saturación hard o no-selectivo, por lo que al aumentar la duración del pulso k veces es necesario entonces, para que el mismo siga siendo de saturación, achicar k veces el alto del pulso, o sea su tensión (o corriente, que es finalmente campo magnético). Por lo que para la realización de esta experiencia es necesario contar con un atenuador variable de potencia que permita la construcción de este tipo de pulsos, en nuestro caso el DI de la Figura 3.13 del Capítulo III.

Al aplicar una presión externa, es necesario pensar que el centro de la línea de resonancia se correrá por efecto de la misma. Al corrimiento en frecuencia lo podemos calcular tal como lo hicimos con la ecuación 4.3.

Se realizaron imágenes selectivas con presión de valor $P = 11, 20 \left(Kg / cm^2 \right)$, con una atenuación de los pulsos (para hacerlos selectivos) x 12. Esto significa agrandar el ancho temporal y el voltaje aplicado por el pulso de 90° 12 veces. El valor del pulso de saturación sin atenuar es de $21 (\mu seg)$. No se utilizó el método de adquisición rápido de imágenes por no poder conseguir, con hexametilentetramina como muestra, una adecuada resolución que permita apreciar la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular cilíndrico de 5 mm de longitud.

Método experimental utilizado:

1. Se componen los pulsos selectivos o soft.
2. Se adquiere una FID para cada ancho de pulso t .
3. Se realiza una corrección de fase de orden cero de cada FID.
4. Se realiza la Transformada de Fourier de cada FID (TF).
5. Se construye el vector (t, TF) , llamado Pseudo-FID.
6. Se realiza una 2º Transformada de Fourier, ahora de la Pseudo-FID y se toma el valor intersección de la parte real de la misma con la línea de frecuencia cero (se trabajó sin batido de frecuencias).
7. La imagen: valor obtenido en el punto anterior (6) en las ordenadas y valor de la frecuencia de nutación en las absisas. El valor de la frecuencia de mutación codifica la posición en cada caso.

Se llamará volumen de prueba (VP) al volumen ocupado por la muestra (hexametilentetramina) sobre el cual realizamos las imágenes.

Sin aplicar presión a la muestra, adquiriendo una imagen con pulsos selectivos x 12, a 3,31 MHz, el VP se ve como se muestra en la Fig. 4.8. En la misma figura se puede apreciar la disposición del probe respecto a la prensa y al sensor.

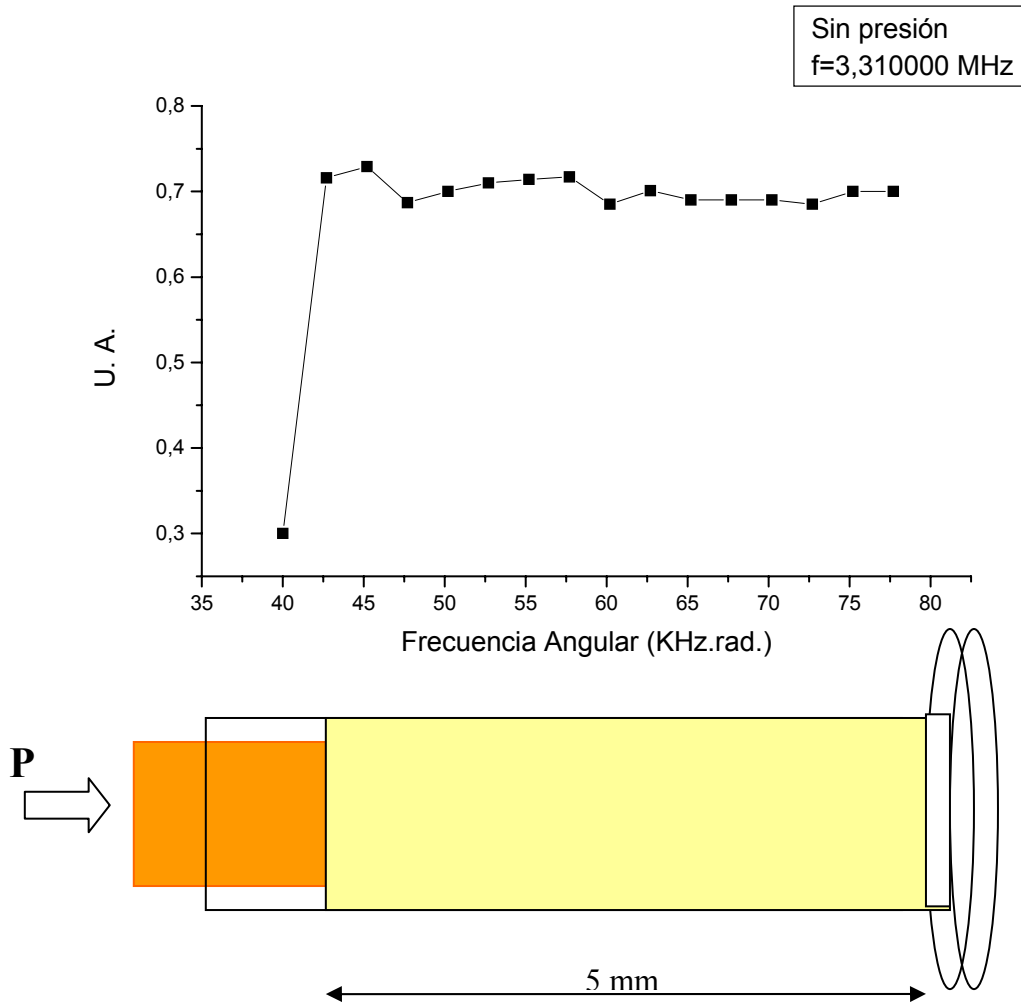


Figura 4.8

Fig. 4.8: imagen del VP sin presión aplicada sobre la muestra, obtenida con pulsos de tipo selectivos. Se puede apreciar la disposición del probe respecto a la bobina. El pistón puede observarse de color naranja y la muestra de color marfil. A la derecha puede observarse que quedan dos milímetros entre el final de la bobina y el principio de la muestra.

En las figuras siguientes (Fig. 4.9-a hasta Fig. 4.11) se pueden apreciar imágenes adquiridas del VP comprimido a la presión anteriormente citada, realizadas con pulsos selectivos a las frecuencias que se lee en cada una de las mismas figuras. La temperatura ambiente al adquirir estas primeras imágenes es de 19°C. Se tomaron 12 pulsos entre 50 y 600 (μseg) para la construcción de la pseudo-FID. Se centró la línea de frecuencia

$$\text{de resonancia en } f = 3,310000(\text{MHz}) + 0,18 \left(\frac{\text{KHz}}{\text{kg/cm}^2} \right) \cdot 11,2(\text{Kg/cm}^2) = 3,312000(\text{MHz})$$

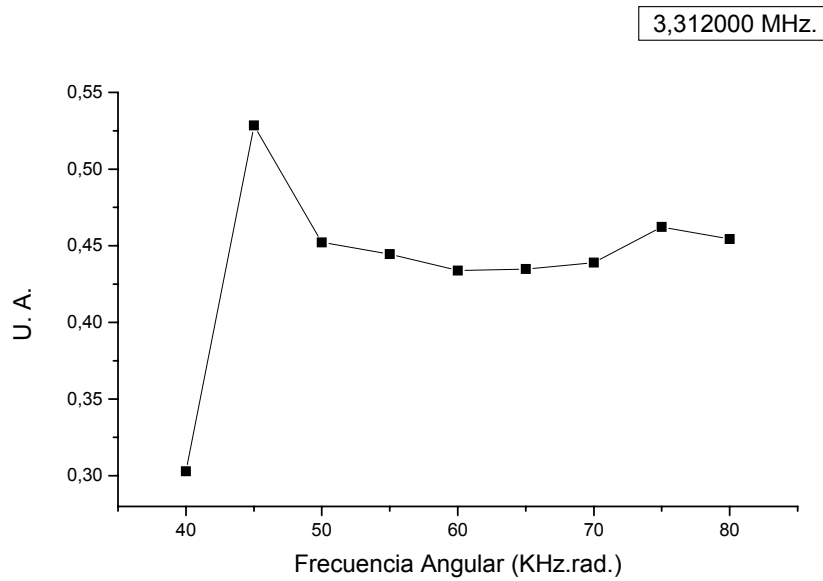


Figura 4.9-a

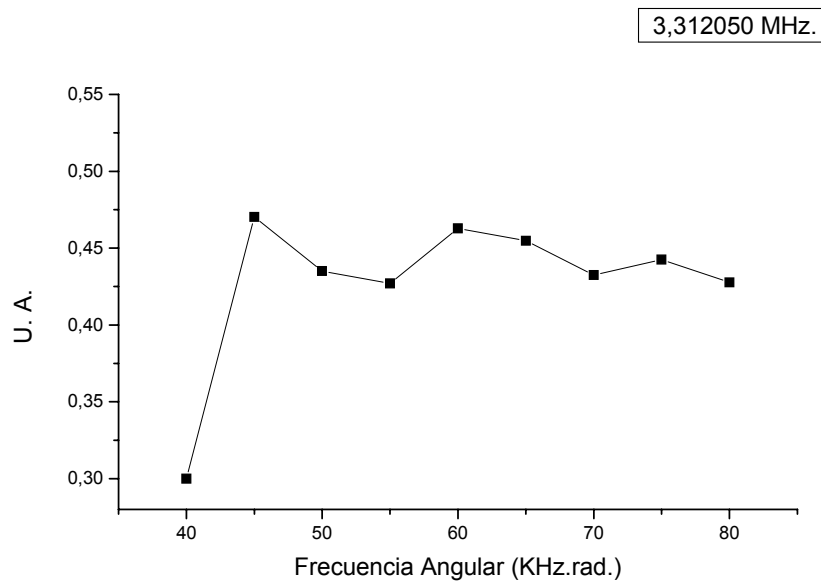


Figura 4,9-b

Figuras 4.9-a y 4.9-b: pueden apreciarse dos imágenes de la muestra comprimida logradas con pulsos de tipo selectivos a dos frecuencias diferentes: 3,312000 y 3,312050 MHz... Los picos suponen la existencia en esa posición respecto al eje del cilindro (coordenada z, a la vez dependiente linealmente la misma del gradiente g) de núcleos atómicos de ^{14}N con valores de tensión interna que se compadecen con la frecuencia de RCN a la que se ha escaneado la muestra.

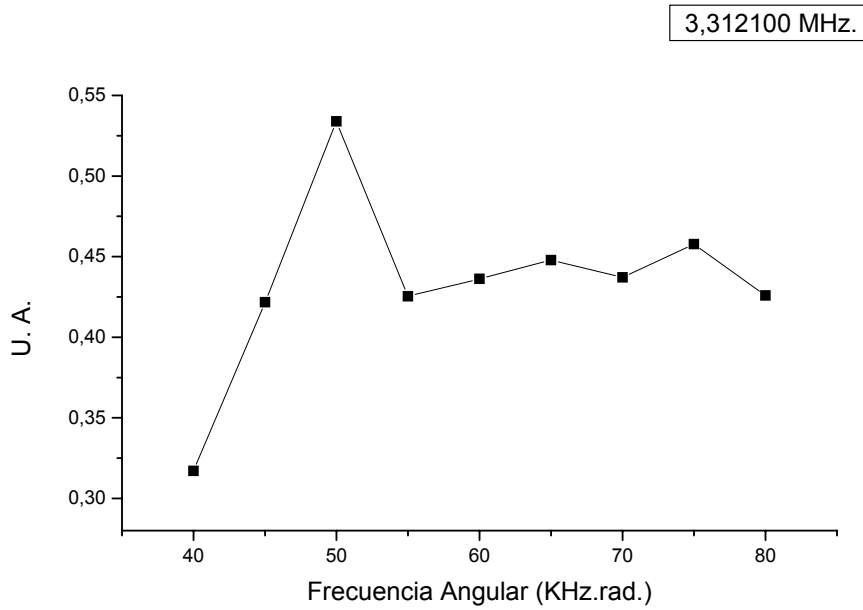


Figura 4.10-a

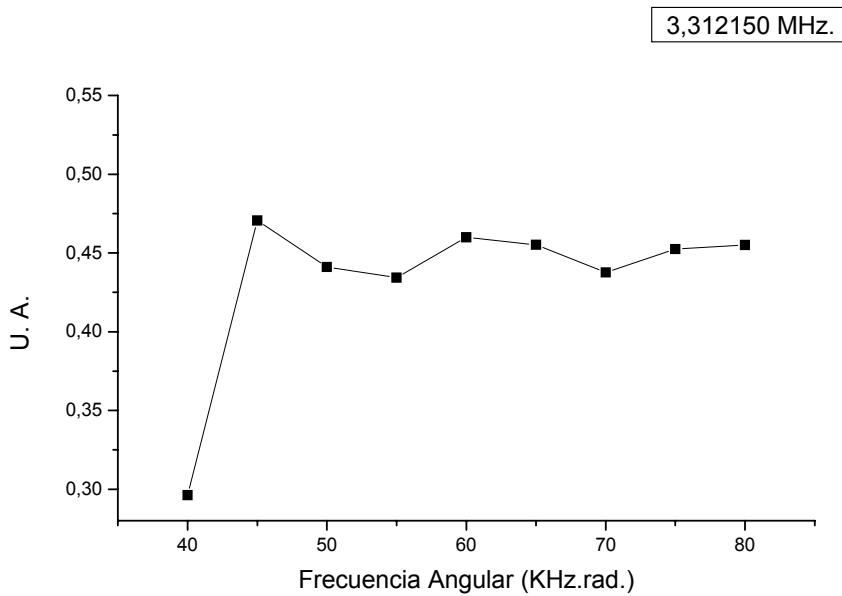


Figura 4.10-b

Figuras 4.10-a y 4.10-b: pueden apreciarse dos imágenes de la muestra comprimida logradas con pulsos de tipo selectivos a dos frecuencias diferentes: 3,312100 y 3,312150 MHz... Los picos suponen la existencia en esa posición respecto al eje del cilindro (coordenada z, a la vez dependiente linealmente la misma del gradiente g) de núcleos atómicos de ^{14}N con valores de tensión interna que se compadecen con la frecuencia de RCN a la que se ha escaneado la muestra.

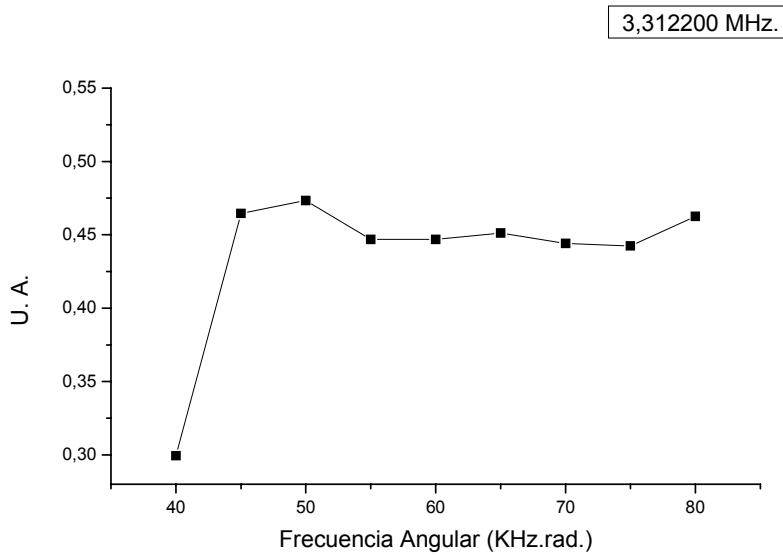


Figura 4,11

Figura 4.11: Puede apreciarse una imagen de la muestra comprimida lograda con pulsos de tipo selectivos a la frecuencia de 3,312200 MHz.

Luego se repitieron algunas mediciones, pero con un valor de presión similar, aunque no igual, de $P = 11,70 (Kg / cm^2)$, y con una temperatura ambiente de $20,5^{\circ}C$ (Figuras 4.12 y 4.13).

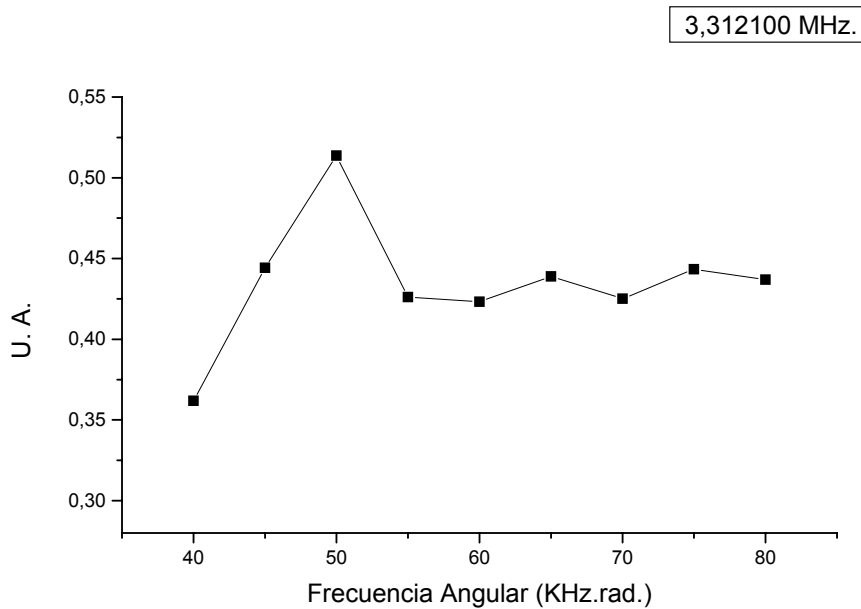


Figura 4.12

Figura 4.12: Imagen de la muestra comprimida lograda con pulsos de tipo selectivos a la frecuencia de 3,312100 MHz

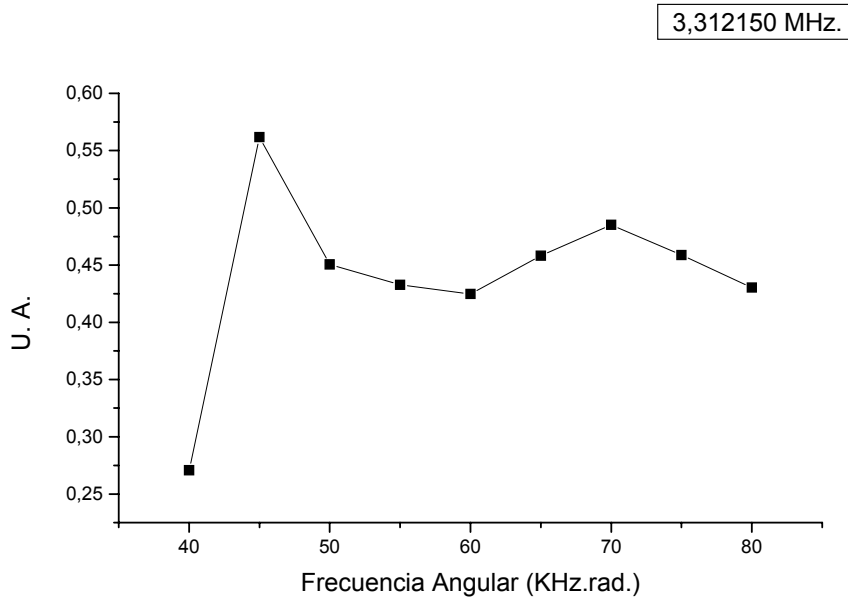


Figura 4.13

Figura 4.13: Imagen de la muestra comprimida lograda con pulsos de tipo selectivos a la frecuencia de 3,312150 MHz.

Se realizó luego una medición con $P = 8,40 (Kg / cm^2)$ y $T = 21^\circ C$. (Figuras 4.14 hasta 4.15-b). El centro de la línea de resonancia se corre ahora a una frecuencia de $f = 3,311500 MHz$, los resultados son los siguientes,

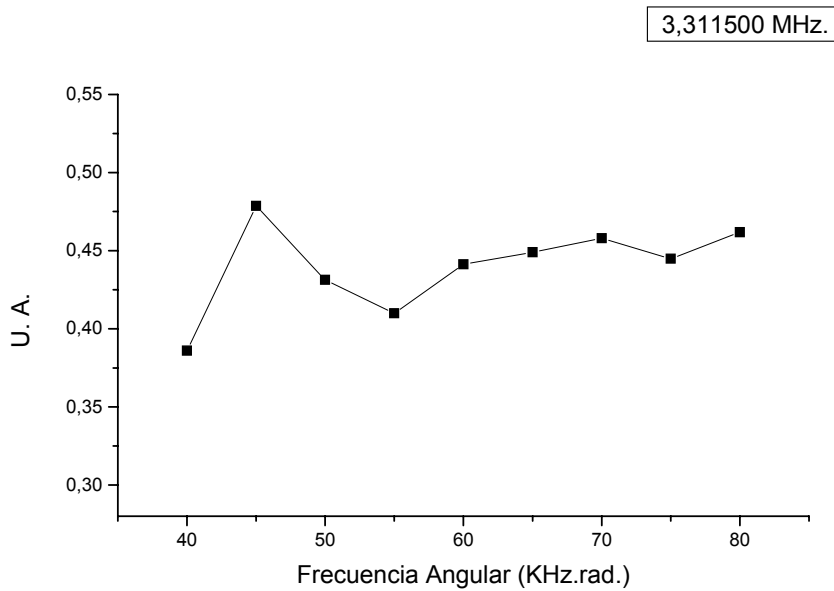


Figura 4.14

Figura 4.14: Imagen de la muestra comprimida lograda con pulsos de tipo selectivos a la frecuencia de 3,311500 MHz.

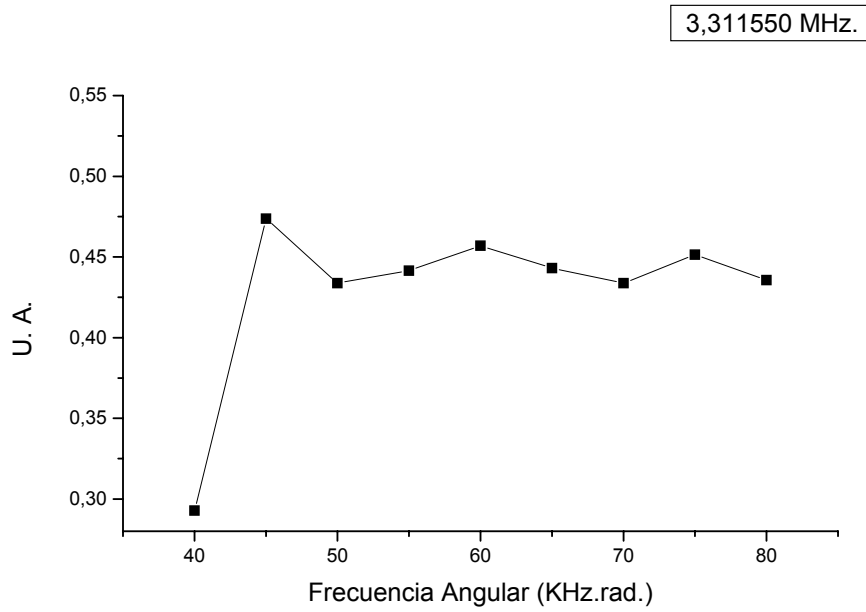


Figura 4.15-a

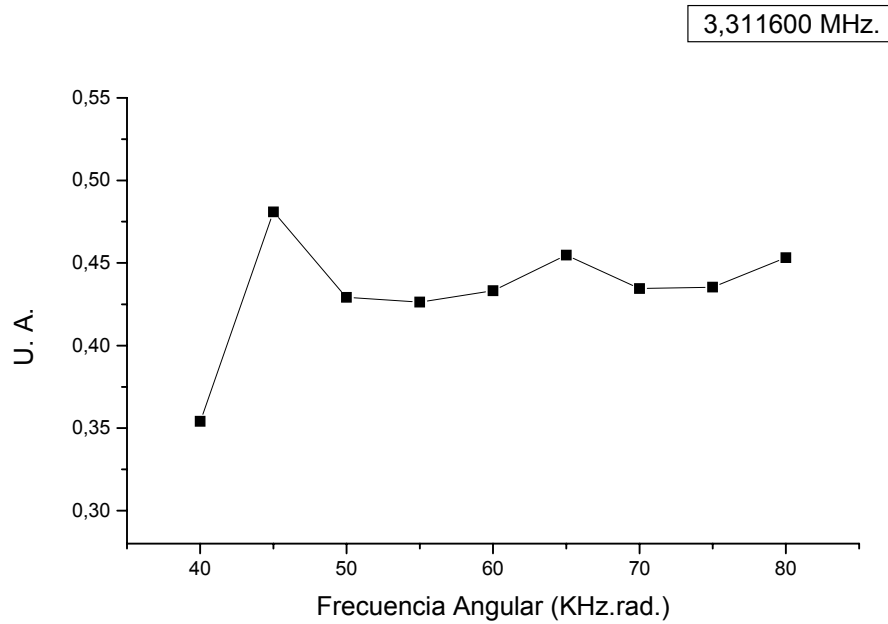


Figura 4.15-b

Figuras 4.15-a y 4.15-b: pueden apreciarse dos imágenes de la muestra comprimida logradas con pulsos de tipo selectivos a dos frecuencias diferentes: 3,311550 y 3,311600 MHz.

Los picos suponen la existencia en esa posición respecto al eje del cilindro (coordenada z, a la vez dependiente linealmente la misma del gradiente g de núcleos atómicos de ^{14}N con valores de tensión interna que se compadecen con la frecuencia de RCN a la que se ha escaneado la muestra.

Posteriormente se realizaron imágenes selectivas (también x 12) en una zona alejada 3 (KHz) del centro de la línea de resonancia (ver Fig. 4.5-b); si no hubiera aplicada presión externa, en esa zona no deberíamos encontrar señal. Sin embargo, por estar la línea de resonancia ensanchada, encontramos una distribución de espines (núcleos) que tienen esas frecuencias.

Se supone que van a ser menos en cantidad los espines ubicados lejos de la frecuencia central (lejos del centro del pico cuando la muestra no tiene presión) que los espines que estén cerca de la misma.

Esto hace que la “media en zona alejada” (valor medio de la señal donde no debería haber pico si no hubiese aplicada presión) de los siguientes gráficos baje de 0,45 a 0,34 Unidades Arbitrarias (se pueden comparar las gráficas) por lo que la escala de los dibujos en lugar de realizarse entre 0,25 y 0,55 Unidades Arbitrarias, como todas las anteriores, se realizará entre 0,25 y 0,42 para respetar la misma proporción.

Son las figuras que van desde la 4.16-a hasta la 4.18-b.

Para realizar las siguientes imágenes nos alejamos entonces 3 KHz del centro del pico con presión, que está a 3,312000 (MHz), o sea que ponemos el centro de la inspección en 3,315000(MHz) y desde allí vamos aumentando la frecuencia variando con saltos de $\Delta f = 50(\text{Hz})$.

Al escanear 3 KHz. más allá del centro del pico con pulsos selectivos atenuados x 12 (en 3,313000 MHz), si no se aplica presión, no se vería señal, tal como se aprecia en el primero de la siguiente serie de gráficos, la Figura 4.16-a, imagen de un escaneo a 3(KHz) del centro del pico sin presión, o sea a 3 (KHz) de 3,310000 (MHz).

Por estar la muestra comprimida con una presión externa, el pico se achata y ensancha y en ese rango de frecuencias, sobre los espines que se encuentran entre la frecuencia límite del ancho del pico sin presión y la frecuencia límite del ancho del pico cuando la muestra está comprimida, el efecto de localización de presiones tal como lo predice la teoría KSPH es observable.

Las frecuencias son las que figuran en cada gráfico.

Todas las imágenes se adquirieron con $T = 20,5^{\circ}\text{C}$.

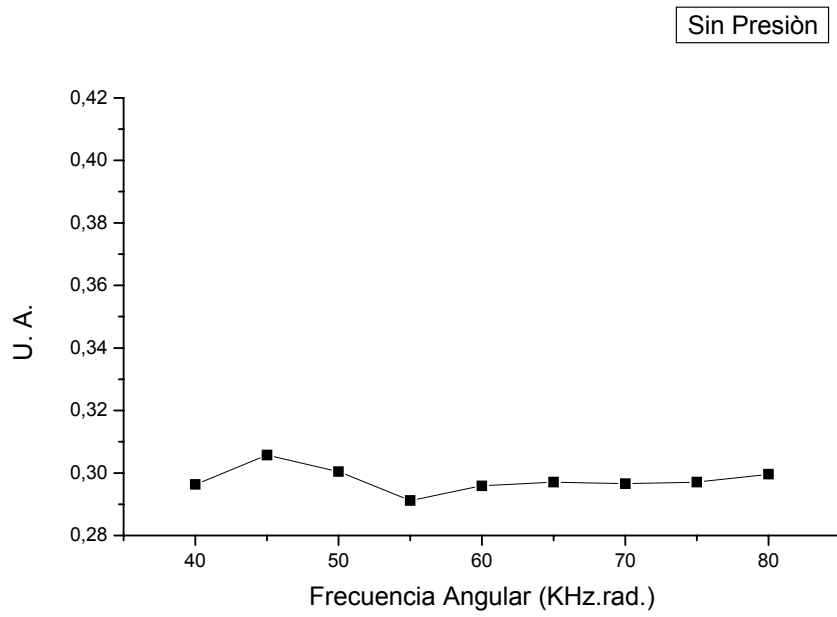


Figura 4.16-a

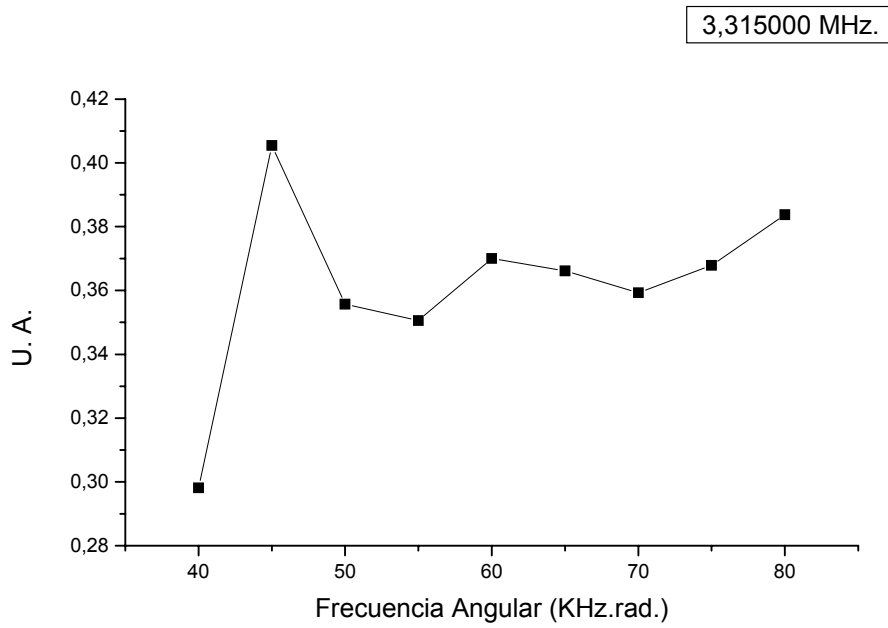


Figura 4.16-b

Figuras 4.16-a y 4.16-b: Dos imágenes de la muestra logradas con pulsos de tipo selectivos: la 4.16-a sin presión externa aplicada y la 4.16-b con una presión de 11, 20 (Kg/cm²). Ambas imágenes fueron adquiridas a una frecuencia de 3, 315000 MHz.

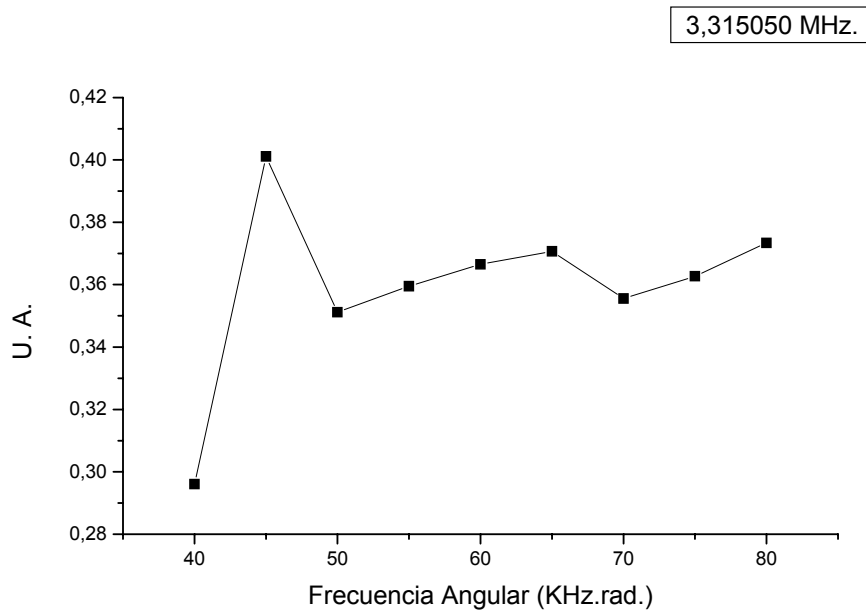


Figura 4.17-a

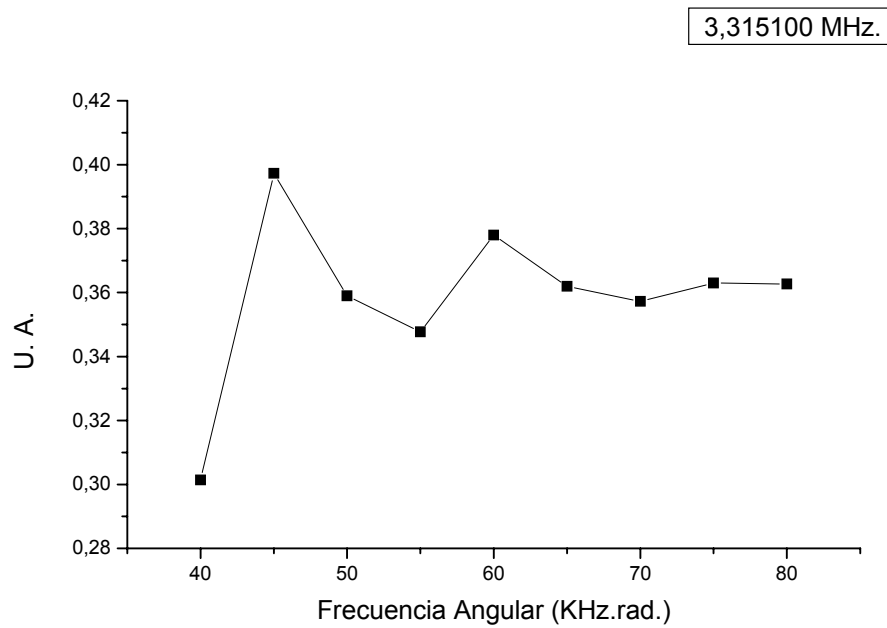


Figura 4.17-b

Figuras 4.17-a y 4.17-b: Dos imágenes de la muestra comprimida logradas con pulsos de tipo selectivos a dos frecuencias diferentes: 3,315050 y 3,315100 MHz.

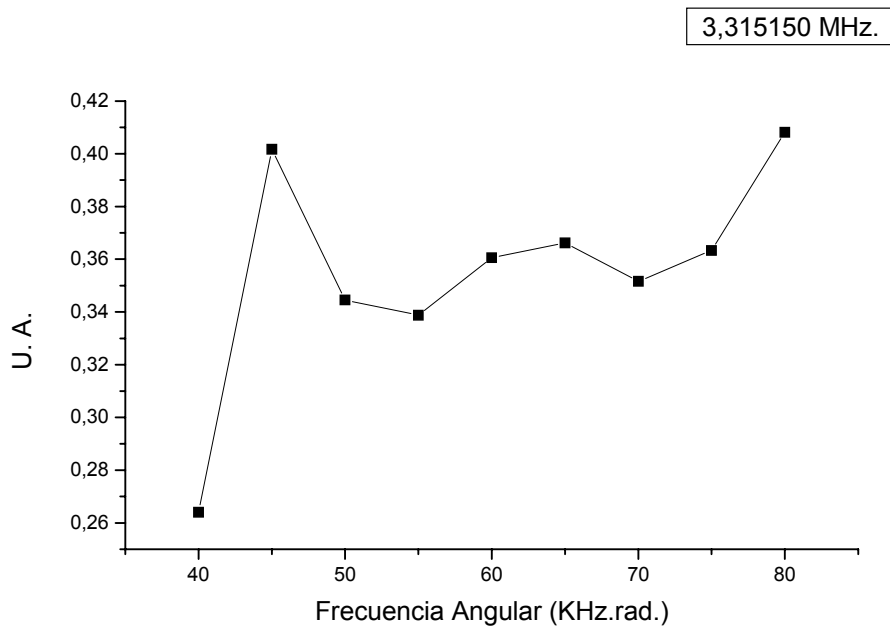


Figura 4.18-a

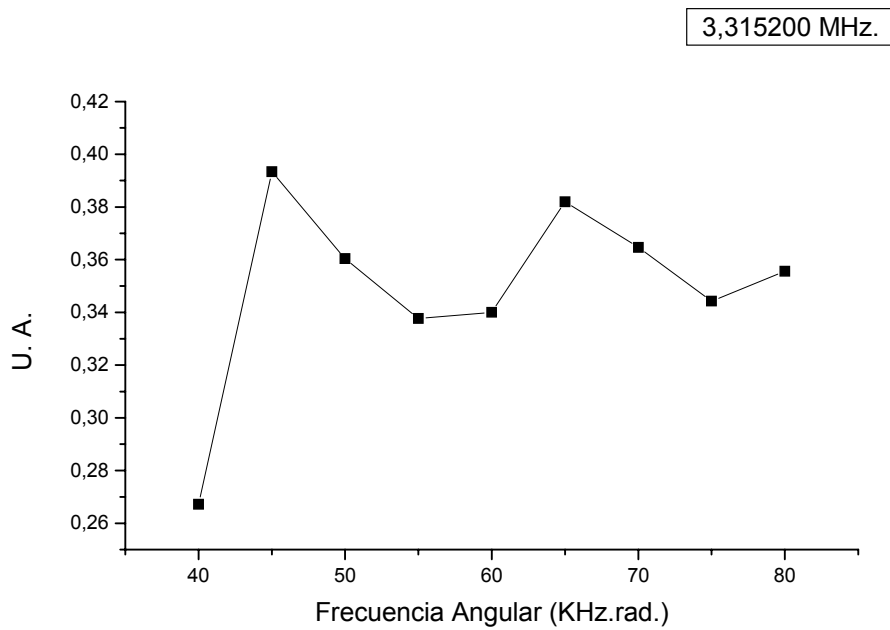


Figura 4.18-b

Figuras 4.18-a y 4.18-b: Dos imágenes de la muestra comprimida logradas con pulsos de tipo selectivos a dos frecuencias diferentes: 3,315150 y 3,315200 MHz.

Capítulo V

Relación entre los resultados obtenidos y las predicciones del modelo KSPH

1. Análisis de los resultados obtenidos

En primer lugar se analizará cómo calcular los valores de tensiones internas obtenidos en función de los corrimientos de frecuencia experimentados. En el punto 3 del Capítulo anterior se veía que

$$f = f_0 + b.P$$
$$b = \frac{f - f_0}{P} = 0,18 \pm 0,03 \left(\frac{\text{KHz}}{\text{kg/cm}^2} \right) \quad 5.1$$

Se va a experimentar, tal como se anticipó en el Capítulo IV, un corrimiento y un ensanchamiento de la línea de RCN.

Si se toma el nuevo valor de la frecuencia que tiene el centro de la línea de RCN por haberse corrido la misma al haberle aplicado presión a la muestra (aplicación directa de la ecuación 4.3) y a esa frecuencia le sumamos los 3 KHz del semi-ancho de la línea sin presión (ver Figura 4.5-b) a esta frecuencia resultado le llamamos f_0 ; entonces la frecuencia (tensión) medida por los corrimientos respecto a esta frecuencia f_0 será la que llamaremos tensión diferencial del punto y mide el ensanchamiento real de la línea de RCN en frecuencia (presión). La llamaremos $\delta P = \frac{f - f_0}{b}$.

Por ejemplo, para un corrimiento de 50 Hz en frecuencia de RCN, se corresponde un corrimiento en el valor de la tensión de 0,28 Kg./cm².

Al mismo tiempo, se comprueba que las frecuencias angulares obtenidas varían entre 40 y 80 KHz.rad, ya que de 95 KHz.rad a 80 KHz.rad se corresponden con los 2 mm de separación entre el final del sensor y el principio de la muestra; observando que el alto del cilindro estudiado, ya comprimida la muestra, es de 4 mm, entonces nos estamos moviendo 1mm cada 10 KHz.rad.

Con estos datos se construirá un raster que en las ordenadas exprese la profundidad z en mm, tomando como origen ($z = 0$) en el lugar donde se encuentra el límite de contacto entre el pistón y la muestra, y en las abscisas la tensión diferencial ($\sigma_{zz} - p_0$, en Kg/cm²).

Previo a la construcción del raster mencionado se distinguirán dos zonas en función de la frecuencia de RCN, que es a la que estamos escaneando:

1. la primera de ellas se corresponde con la que contiene las frecuencias de barrido que entrarían, por su valor, dentro del ancho de la línea de RCN si no hubiésemos aplicado presión externa a la muestra. Dentro de este grupo están las imágenes representadas entre la Figura 4.9 y la Figura 4.15-b del Capítulo IV, con la interesante conclusión de que, variando las condiciones de presión, aunque levemente (tal como hicimos al adquirir las imágenes de la Figura 4.12 a la Figura 4.15-b) la distribución de tensiones en esa zona no varía esencialmente.
2. La 2º zona se puede definir como aquella de las frecuencias en las cuales no tendríamos que ver señal de no tener presión aplicada sobre la muestra, zona cuyas imágenes pesadas están expresadas entre la Figura 4.16-a y la Figura 4.18-b del Capítulo IV, en las cuales se puede apreciar un fenómeno de distribución de tensiones internas distinto.

3.

Con los datos recolectados en esta última zona es que se construye el raster mencionado anteriormente de la siguiente manera:

1. Se comprueba que las frecuencias angulares obtenidas varían entre 40 y 80 KHz.rad (de 95 KHz.rad a 80 KHz.rad se corresponden 2 mm de separación entre el final del sensor y el principio de la muestra).
2. Se toman los datos obtenidos en cada una de las imágenes construidas entre las Figuras 4.16-a y 4.18-b del capítulo anterior y se transforma en profundidad z el valor la frecuencia angular de nutación de cada pico obtenido en cada una de estas imágenes, que significa en la práctica realizar una imagen pesada por la tensión interna sobre la muestra. Conociendo el gradiente aplicado, que lo calculamos en el punto 1 del capítulo IV, la fórmula a aplicar es: $z = \frac{\omega - \omega_{\max}}{g}$ en la cual, en nuestro caso $\omega_{\max} = 80(KHz.rad)$ y $g = -75(KHz.rad)$.
3. Se calcula la tensión diferencial interna de cada pico aplicando la fórmula $\delta P = \frac{f - f_0}{b}$, donde f es la frecuencia de RCN a la que se realiza cada experimento, y $f_0 = 3,315000(MHz)$.
4. Se ubica cada pico con un punto cuya ordenada sea la posición z obtenida en el punto 2 y la abscisa la tensión diferencial interna que le corresponde, calculada en el punto 3.

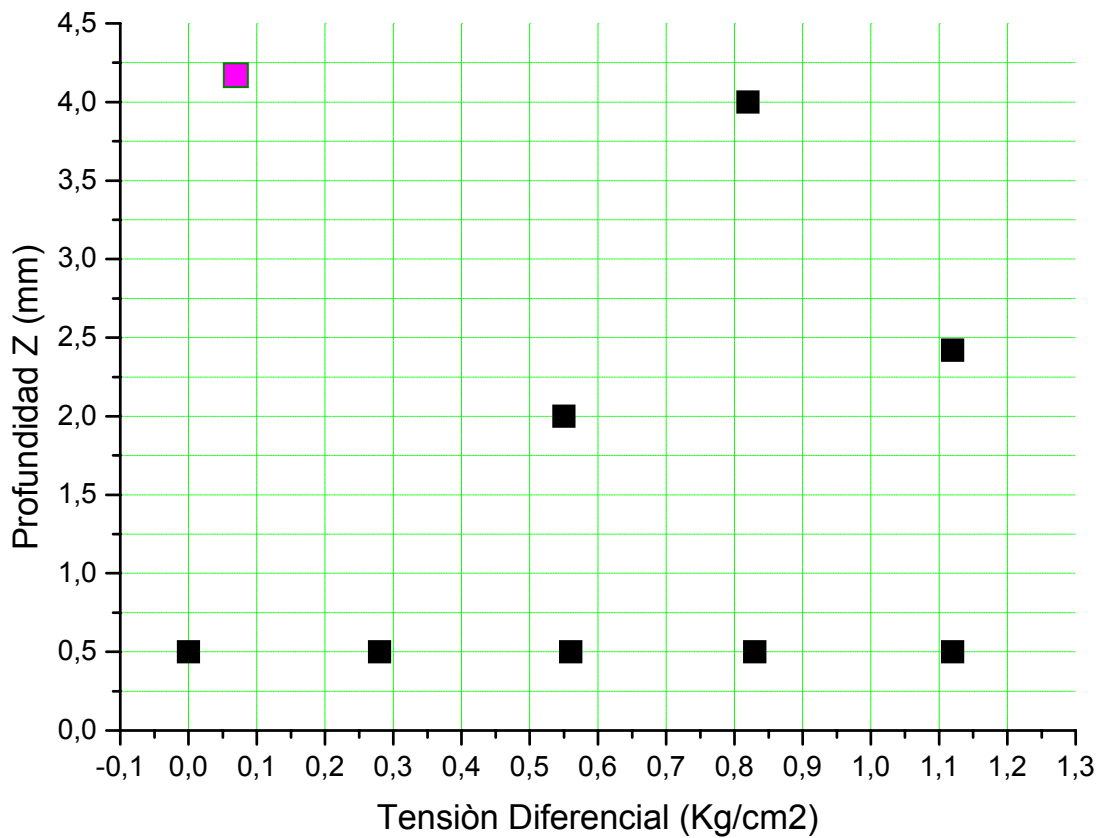


Figura 5.1

Fig. 5.1: Raster construido con la metodología propuesta. Cada punto del mismo significa la ubicación de un pico respecto a la posición en z y a la tensión diferencial que está sometida esa zona.

El punto pintado en color magenta, se corresponde con un “punto dudoso”, ya que existen dudas sobre si debe tomarse o no como un pico por su tamaño (se corresponde con un punto de la Figura 4.16-b del Capítulo IV, reproducida más abajo en la Figura 5,2 y resaltado con un círculo rojo).

Le llamaremos “punto magenta”.

Se corresponde con el punto encerrado en un círculo rojo en la Fig. 5.2, que es copia de la Fig. 4.16-b.

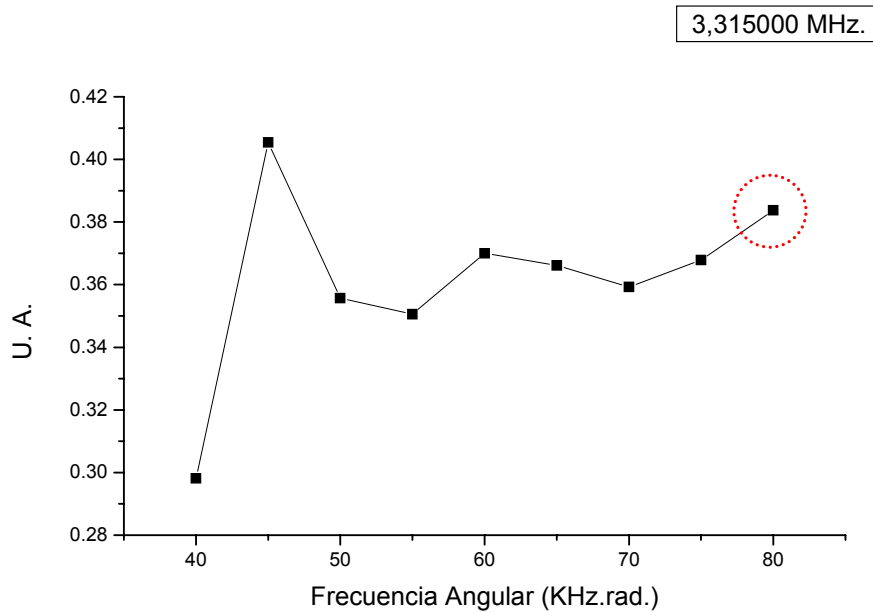


Figura 5.2

Fig.5.2: El “punto magenta” encerrado en un círculo rojo.

El fenómeno de localización de tensiones diferenciales observado en esta zona de frecuencias no puede ser debido a otras razones que la aplicación de una presión externa a un material granular, ya que:

- a. No hubo corrimiento de temperatura ambiente durante la medición, y por tener una buena relación S/N se promedió pocas veces, lo que hace suponer despreciable el incremento de temperatura debido al pulsado de RF;
- b. Si se observaba durante la adquisición alguna línea mas ancha de lo normal, esa medición se realizaba nuevamente (esto ocurrió muy pocas veces).

2. Comparación con el modelo KSPH

En la Figura 3.5 se puede apreciar a la derecha el raster resultado de las experiencias realizadas en relación con un diagrama de curvas de nivel de tensiones en el plano x-z, ubicado a la izquierda, que da como resultado de la aplicación del modelo KSPH (Figura 1.3 del Capítulo 1). Las líneas rojas verticales superpuestas al gráfico de la izquierda muestran los límites del ancho de escaneado en la variable x en cada imagen 1D.

Se hace ahora una comparación de tipo cualitativa entre ambos gráficos, el de la Fig. 5.1 y el b de la Fig. 1.3 en la Fig. 5.3.

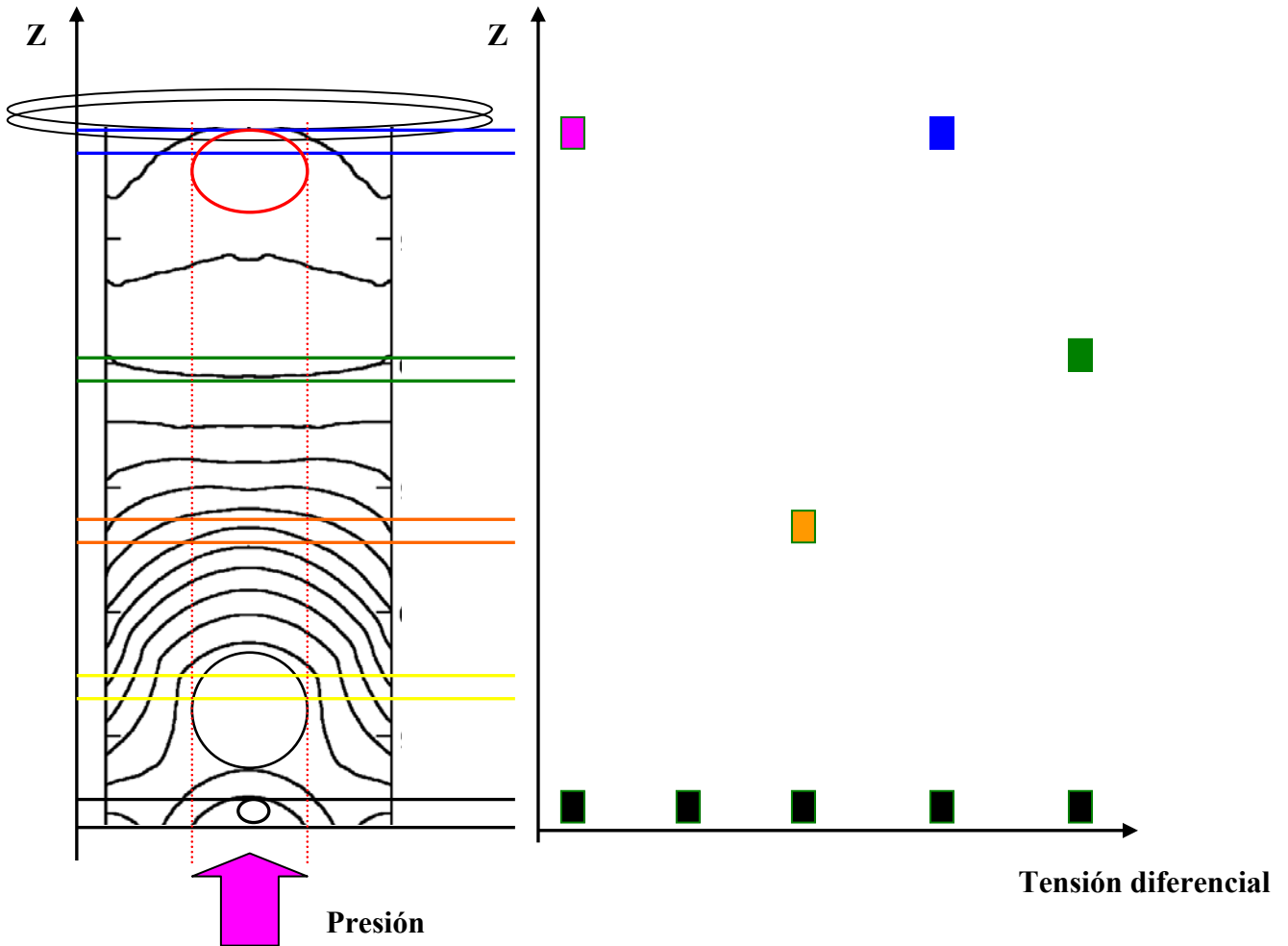


Figura 5.3

Fig. 5.3: Comparación cualitativa entre el raster armado anteriormente y el gráfico de curvas de nivel resultado de una simulación realizada con el modelo KSPH.

El slice escaneado en cada imagen obtenida está simbolizado en el diagrama de la izquierda por el espacio ubicado entre las líneas del mismo color, cada color para cada slice. Por ejemplo, dentro de las líneas negras, que se corresponde con un slice ubicado a 0,5 mm del pistón, se encuentran varios valores de tensiones diferentes. El óvalo rojo introducido como curva de nivel suplementaria en la parte de arriba de la figura de la izquierda, se supone como una posibilidad de la posible conformación final de las curvas de nivel según el raster de la derecha.

En esta comparación se puede observar, de manera cualitativa, la coincidencia en cuanto al posicionamiento de los diversos valores de tensiones internas entre los resultados obtenidos experimentalmente en este trabajo y lo predicho por el modelo KSPH.

También se pueden observar en la figura las posiciones relativas de las curvas de nivel del diagrama de la izquierda en función de la posición del pistón que ejerce presión (abajo) y del sensor de RF (arriba).

Por otra parte, los distintos valores de tensiones internas calculados sobre el eje z fueron graficados en el trabajo de Kenkre y col. [4,5], adoptando valores de $p_0 = 1, \gamma = 0,5$ en la (ec. 5) del Capítulo I, realizando el estudio sobre un cilindro de mayor profundidad que el utilizado en este trabajo de tesis.

$$\text{Si se define la relación } \Sigma_{zz} = \frac{\sigma_{zz}}{p_0} = \frac{\text{Tensión.Diferencial} + p_0}{p_0}$$

Aplicándole entonces los valores adoptados por Kenkre y col., $\Sigma_{zz} = \sigma_{zz}$, por lo que graficar σ_{zz} vs. z es lo mismo que graficar Σ_{zz} vs. z. Para apreciar mejor la variación de los valores de tensión a lo largo del eje z obtenida experimentalmente sobre nuestro cilindro y poder compararla de manera adecuada con la obtenida por Kenkre y col. en su trabajo, graficaremos Σ_{zz} en función de la profundidad z, de tal manera de independizarnos del valor de la presión externa aplicada.

Podemos observar en la Figura 5.5-a éste grafico para los valores de tensión y profundidad representados en el raster de la Figura 5.1.

La línea de puntos representa la exponencial con la que decae la tensión en los bordes del cilindro, $\exp(-\gamma.z)$, que en nuestro caso, para favorecer la comparación cualitativa, se adoptó un valor de $\gamma = 0,35$.

Sin agregar el “punto magenta”, los resultados obtenidos están expuestos en la Figura 5.5-a. En la Figura 5.5-b se pueden observar los mismos resultados con el ”punto magenta” incluido. Con la línea de puntos de color rojo se intenta trazar, en ambas figuras, un paralelo de los valores obtenidos experimentalmente respecto a los observados en la Figura 5.4, que son los mismos valores de la parte de abajo de la Figura 1.3-b del Capítulo I.

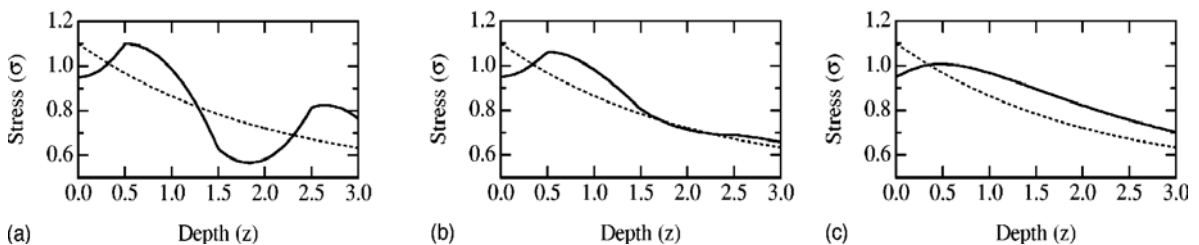


Figura 5.4

Fig. 5.4: Gráfico de $\Sigma_{zz} = \sigma_{zz}$ vs. profundidad z de una simulación realizada con el modelo KSPH.

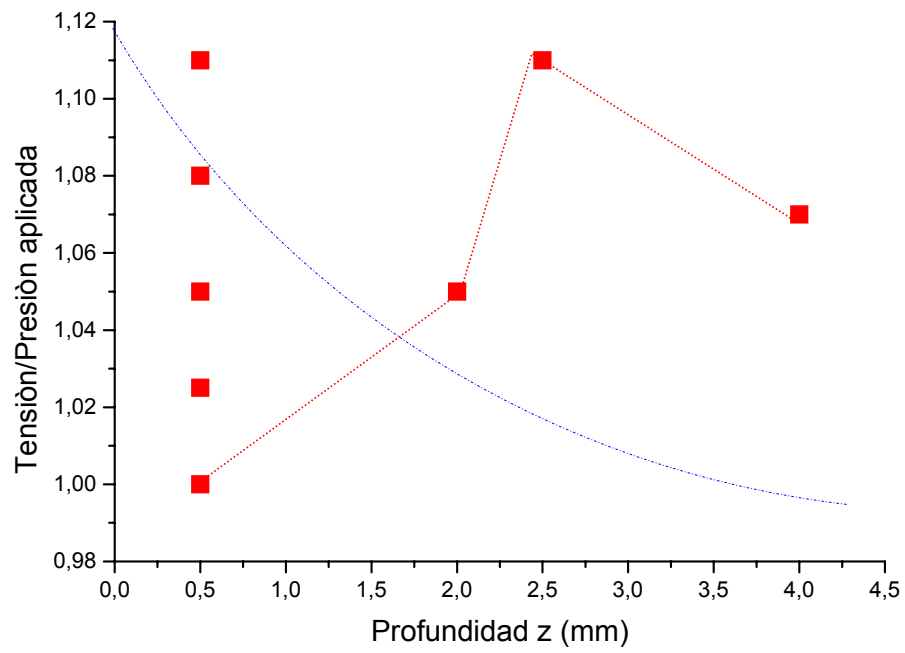


Figura 5.5-a

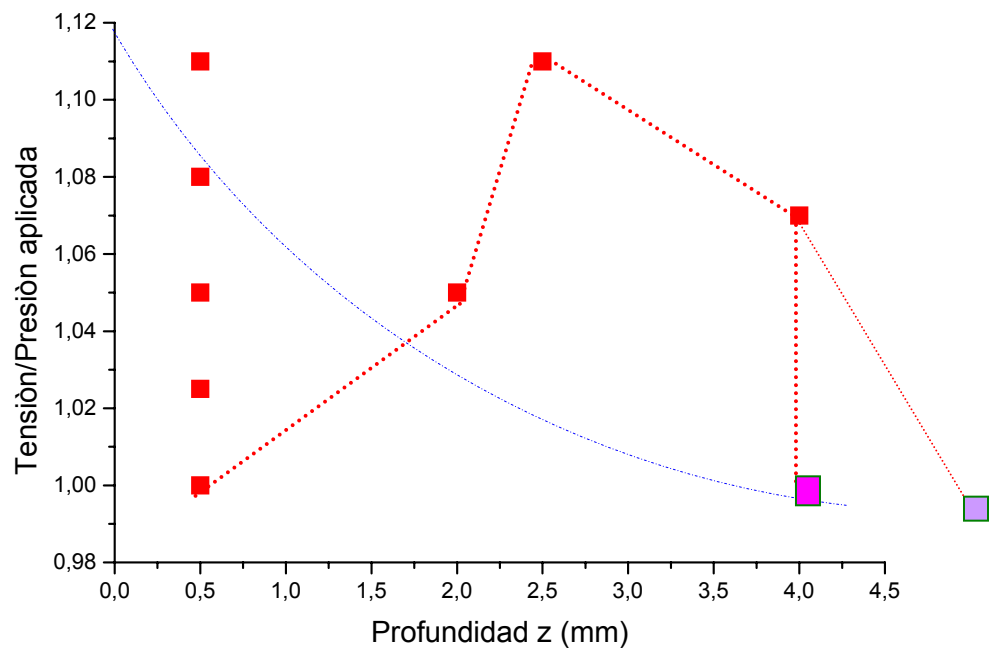


Figura 5.5-b

Fig. 5.5-a: gráfico Σ_{zz} vs. profundidad z si no se incluye el punto magenta.
 Fig.5.5-b, el mismo gráfico con el punto magenta incluido.

Comparando entonces los resultados obtenidos con lo predicho por el modelo KSPH, también ahora de manera cualitativa, es posible suponer que las condiciones de la experiencia realizada en esta tesis se correspondan, o bien con la gráfica b o bien con la gráfica c de la Figura 1.3. La figura b representa una transición entre una distribución de tensiones de tipo ondulatoria y una de tipo difusiva. En nuestro caso podemos suponer que el “punto magenta”, observando la Figura 5.5-b, tiene grandes posibilidades de transformarse en algo parecido al punto lila de la misma Figura.

Es muy posible entonces que, para el caso estudiado en esta tesis, la distribución de tensiones internas del apilamiento granular se configure como una situación intermedia entre estas dos escenarios representados por las partes a y b de la Figura 1.3, o sea entre una distribución de tipo ondulatoria y otra de tipo difusiva, situaciones intermedias que fueron pre-dichas como posibles por la descripción que realiza el modelo KSPH.

Conclusiones

En este trabajo de tesis se han encontrado correlaciones de tipo cualitativas entre los experimentos de imágenes por RCN y las predicciones del modelo KSPH para describir la distribución de tensiones internas en un apilamiento granular sometido a presiones externas. Al mismo tiempo se incorporó una nueva técnica, las Imágenes Selectivas en el sistema rotante por RCN (ρ ISRC) para el estudio de esta distribución, y particularmente pudo evidenciarse experimentalmente cómo varían los valores de tensiones internas a lo largo del eje de simetría del cilindro que se utilizó como compacto granular.

Se constató que, a diferencia de los métodos utilizados con anterioridad para describir la distribución de tensiones internas en un compacto granular comprimido, esta técnica:

1. No es destructiva: ya que no necesita destruir la muestra en cuestión, por lo cual permite el uso de la misma para distintos y diversos experimentos.
2. Posibilita realizar mediciones sobre la misma muestra aplicando diferentes presiones y pueden incorporarse mediciones de otros parámetros en la misma medición, como por ejemplo la temperatura.
3. Permite lograr un mapeo de la distribución de tensiones internas en el material compactado de manera rápida.
4. Permite la realización de mediciones *in situ*, o sea “llevando el equipo hacia la muestra”, que es al revés de como se realiza actualmente.

Al mismo tiempo es importante destacar que se han encontrado limitaciones en la utilización práctica de esta técnica:

1. Es una técnica que depende mucho de los posibles cambios de temperatura del compacto granular.
2. El ancho de la línea de RCN es un factor a tener en cuenta respecto a la precisión lograda en las mediciones. La utilización de imágenes selectivas, achicando el ancho de banda de la RF utilizada, mejora notablemente la performance de la técnica, pero no alcanza para volverla precisa en lo cuantitativo.
3. Aunque uno puede hacer uso de trazadores específicos, es importante destacar que la RCN es aplicable sólo en algunos materiales, aquellos que contengan núcleos con la posibilidad de aportar señal de RCN.

El estudio experimental fue realizado comprimiendo una muestra cilíndrica de polvo de hexametilentetramina, que contiene núcleos de ^{14}N con espín nuclear $I = 1$.

Para poder realizar los experimentos de ρISRC fue primero necesario desarrollar un método de reconstrucción del espectro de nutación en muestras de espín $I = 1$, con la posterior obtención de imágenes en el sistema rotante por RCN. En esta tesis se ha comprobado teórica y experimentalmente que para núcleos con espín $I = 1$, el método para obtener las imágenes 1D por ρRCN se reduce a tomar la parte real de la transformada de Fourier sobre la pseudo-FID. Luego se comprobó la posibilidad de aplicar secuencias rápidas de obtención de imágenes (SEXI) para este tipo de muestras.

Desde el punto de vista de las aplicaciones de la RCN, la obtención de estas imágenes puede resultar un elemento importante en la detección de narcóticos y sustancias explosivas, ya que ambas tienen en sus moléculas una importante cantidad de núcleos de ^{14}N .

También como parte de este trabajo se avanzó en el desarrollo de aparatos y métodos que podrán ser utilizados si se pretende aplicar ρISRC en 1D-fast y en 2D, tales como:

1. Incorporación de un método sencillo de optimización del factor de calidad (Q) de bobinas tipo jaula de pájaros (BJP). Las BJP poseen la ventaja de generar campos electromagnéticos en su volumen interior circularmente polarizados. Dichos campos mejoran la relación señal-ruido del sistema en un 70%, por lo cual es interesante desarrollar este tipo de antenas con un valor lo más alto posible de su factor de calidad (Q), sobre todo cuando se trabaja en aplicaciones que requieren condiciones de bajo factor de llenado del sensor. La obtención de esta mejora en la performance de las BJP se basó en la corrección de los errores introducidos en su construcción a través de un método tan sencillo de implementar como económico: el agregado de láminas de Cu que, variando el valor de la autoinductancia de la malla, iguale las frecuencias de resonancia de cada una de las mallas que contiene la BJP entre sí de manera individual. Experimentalmente se comprobó la misma con una BJP que tiene un volumen interno de 95,4 litros, con la cual se deben adquirir señales de RCN de muestras de aproximadamente 1,2 litros (el factor de llenado es de 0,0125). En nuestro caso se mejoró el valor del factor de calidad Q del sensor desde $Q = 230$ a $Q = 306$ al resintonizar la BJP con este método. Este es un avance que seguramente será aplicado cuando se realice ρISRC en 2D.
2. Aplicación de una secuencia de adquisición rápida de imágenes (SEXI) en muestras con núcleos de espín 1, para lo cual fue necesario bajar el tiempo muerto experimental del equipo, entonces se adaptó y construyó un Q-damper al funcionamiento de este equipo, lo que posibilitó la realización de la adquisición de imágenes rápidas con esta secuencia.
3. Una de las limitaciones experimentales cuando se diseñan pruebas de laboratorio, tanto en RMN como en RCN, es que si se pretende alimentar

mas de un sensor (supongamos del mismo probe) para excitar la misma o distintas muestras desde una sola secuencia de pulsos, se necesita utilizar un transmisor de RF para alimentar cada uno de estos sensores y también una forma de sincronizar el funcionamiento de los mismos. El Demultiplexor de Potencia (DP) es un aparato y un método de implementación del mismo que resuelve este problema utilizando un solo transmisor de RF. En este trabajo se desarrolló el mismo, obteniendo como resultado la posibilidad de switchear en la etapa posterior al transmisor de RF, o sea en etapa de potencia, de un sensor a otro transmitiendo pulsos de igual o distinta frecuencia, controlado todo desde una sola secuencia de pulsos, con un tiempo de demora del orden de los 10 microsegundos entre estos pulsos. El DP será muy útil al momento de realizar una experiencia de ρ ISRC en 1D-fast.

4. Se desarrolló el Driver de Imágenes, aparato muy útil a la hora de pensar una experiencia de ρ ISRC en 1D-fast y en 2D-fast.

Por último es importante destacar que todos los aparatos electrónicos utilizados, como el transmisor de RF, el receptor-amplificador, el programador de pulsos PP2, y los filtros como así también los dispositivos de sintonía y adaptación automática y la adaptación mecánica de la prensa hidráulica a la experiencia realizada, fueron construidos íntegramente en nuestro laboratorio como parte del trabajo de tesis presentado.

Para el futuro inmediato se perfila, como continuidad lógica de este trabajo, la posibilidad de:

1. Estudiar la implementación de ρ ISRC en 1D-fast.
2. Utilización de estas imágenes para construir un mapeo en 2 y 3D de la distribución de tensiones internas formada como consecuencia de aplicarle presión externa a un compacto granular.
3. Estudiar la posibilidad de realizar ρ ISRC con 2D-fast y 3D-fast.

Anexo I: Algo más sobre el grupo especial unitario SU (3)

Los 8 primeros operadores son los generadores del grupo SU(3) [3] y el último ($I_{z,1}$) una combinación lineal de dos de ellos:

$$I_{x,1} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -i \\ 0 & i & 0 \end{bmatrix},$$

$$I_{x,2} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{bmatrix},$$

$$I_{x,3} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix}$$

$$I_{y,1} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & 0 & i \\ 0 & 0 & 0 \\ -i & 0 & 0 \end{bmatrix},$$

$$I_{y,2} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{bmatrix},$$

$$I_{y,3} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix},$$

$$I_{z,1} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & -i & 0 \\ i & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}, \text{ v}$$

$$I_{z,2} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix},$$

$$I_{z,3} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Los tres operadores de Cantor -Waugh son los siguientes (puede observarse que son combinaciones lineales de los 8 operadores presentados anteriormente)

$$I_{x,4} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} -2 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad I_{y,4} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix},$$

$$I_{z,4} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -2 \end{bmatrix}$$

Mas las relaciones

$$I_{x,4} = \frac{1}{2}(I_{y,3} - I_{z,3})$$

$$I_{y,4} = \frac{1}{2}(I_{z,3} - I_{x,3})$$

$$I_{z,4} = \frac{1}{2}(I_{x,3} - I_{y,3})$$

Las relaciones de conmutación correspondientes son:

$$\left[I_{p,i}, I_{p,j} \right] = i \cdot I_{p,k}$$

i, j, k. cíclicas

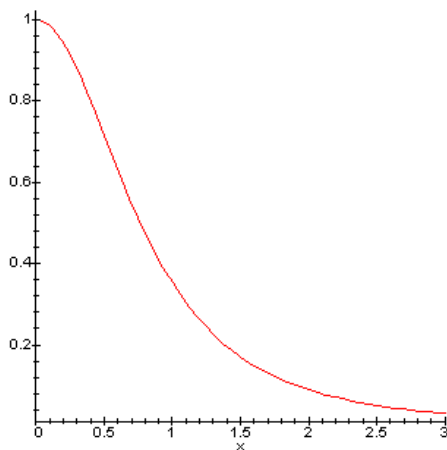
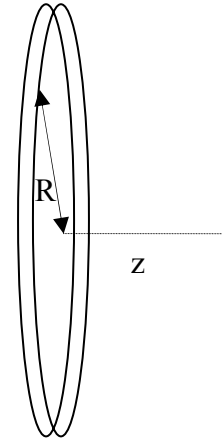
$$\left[I_{p,i}, I_{p,4} \right] = 0$$

Anexo II: Análisis electromagnético de la bobina

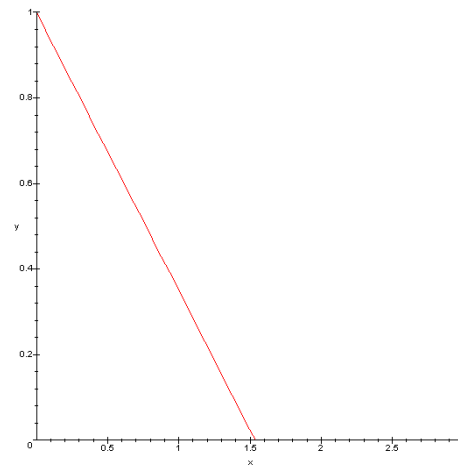
El campo magnético a lo largo del eje z de una bobina superficial de radio R , tiene una forma funcional de variación en relación al cociente x entre z y R [12];

$$B \propto \frac{1}{(1+x^2)^{3/2}} \approx 1 - 0,65x$$

$$x = \frac{z}{R}$$



B vs. x



Aproximación

Hasta una distancia z aproximada a un radio ($x=1$) el gradiente del campo magnético se puede considerar constante.

Cálculo del gradiente

$$\frac{dB}{dx} \approx -0,65 \cdot |B|$$

Entonces cuando $x = 1$, el campo magnético será el 35% de lo que era originalmente.

Bibliografia

- [1]: Kenkre, Scott, Peace and Hurd, *Phys. Rev. E*, V 57,5,5841-5849,(1998).
- [2]: Scott, Kenkre and Hurd, *Phys. Rev.E*, V 57,5,5850-5857 (1998).
- [3]: J.-P. Bouchaud, M. E. Cates, and P. Claudin, *J. Phys. I* 5, 639 (1995).
- [4]: C.-h. Liu, S. R. Nagel, D. A. Schecter, S. N. Coppersmith, S. Majumdar, O. Narayan, and T. A. Witten, *Science* **269**, 513 (1995)
- [5]: *Mecánica de Fluidos*, Landau y Lifshitz, *Física Teórica volumen 6*, Reverté, Barcelona, (1986)
- [6]: I. Aydin, B. J. Briscoe, and K. Y. Sanliturk, *Comput. Mater.Sci.* **3**, 55 ~1994!; *Powder Technol.* **89**, 239 (1996).
- [7]: R. Kamm, M. A. Steinberg, and J. Wulff, *Trans. AIME* **171**,439 ~1947!; **180**, 694 (1949).
- [8]: G. C. Kuczynski and I. Zaplatynskyj, *Trans. AIME* 206, 215 (1956)
- [9]: D. Train, *Trans. Inst. Chem. Eng.* **35**, 258 (1957)
- [10]: H. M. Macleod and K. Marshall, *Powder Technol.* **16**, 107 (1977)
- [11]: V.M.Kenkre, "The Grannular State", *MRS Symp. Proc. Vol 627* (2001)
- [12]: V.M.Kenkre, *Grannular Mater* 3, 23-28, *Springer-Verlag* (2001)
- [13]: V.M.Kenkre, *Grannular Matter* 3,141-144, *Springer-Verlag* (2001)
- [14]: Kenkre, Endicott, Glass and Hurd, *J. Ceram. Soc.*, 79 [12] 3045-54 (1996)
- [15] R. P. Seelig, *Trans. AIME* **171**, 506 (1947)
- [16] R. A. Thompson, *Ceram. Bull.* **60**, 237 (1981)
- [17] A. R. Cooper and L. E. Eaton, *J. Am. Ceram. Soc.* **45**, 97 (1962)
- [18] V. M. Kenkre, M. R. Endicott, S. J. Glass, and A. J. Hurd, *J. Am. Ceram. Soc.* 79, 3045 (1996)

- [19]: T. P. Das and E. L. Hahn, *NQR,adv. In Siolid State Physics, supplement 1, Academic Press, New York, 1958.*
- [20]: S. Matsui, K.Kose y T Inouye, *JMR 88, 186-191, (1990)*
- [21]: E. Rommel, P. Nickel, R. Kimmich y D. Pusiol, *JMR 91, 630-636 (1991).*
- [22]: H. Robert, *Imágenes en Sólidos por RCN, Trabajo Final, FaMAF (1991).*
- [23]: Héctor Robert, “*Espectroscopia Posicional por RCN*”, *Tesis, FaMAF (1995).*
- [24]: Federico Casanova, “*Espectroscopia Posicional por RCN*”, *Tesis, FaMAF (2001).*
- [25]: Casanova, Robert, *Pusiol,MR 133, 129-133(1998)*
- [26]: Robert, *Pusiol, JMR 127, 109-114(1997)*
- [27]: Perlo, Casnova, Robert, *Pusiol,JMR 150, 132-136 (2001)*
- [28]: Robert, *Pusiol, JMR A 118, 279-281 (1996)*
- [29]: Casanova, Robert, *Pusiol, JMR 141,62-67 (1999)*
- [30]: K. V. Ermolaev, V.P. Tarasov, G.B. Manelis and I. N. Erofeed, *Applied Mag. Res. 2,683-693 (1991).*
- [31]: V.L. Ermakov, R.H.Kurbanov, D.Ya. Osokin and V.A. Shagalov, *Applied Mag. Res. 3, 95-980 (1992).*
- [32]: Y. Lee and L. Butler, *JMR-A 112, 92-95(1995).*
- [33]: Níkel, Robert, Kimmich and Pusiol, *JMR A 111,191-194 (1994).*
- [34]: “*Principles of Nuclear Magnetic Resonance Microscopy*”, P. T. Callaghan, *Claendon Press,Oxford (1993).*
- [35]: *The Quadrupole Resonance-Effect an Overview-J Barras, A.E.D’atoya,A.Engelbeen,M.D.Rowe,J.A.S.Smith, Chemistry Department of King’s College, Strand, London (2001)*
- [36]:*Seminar of NQR, Kranjc Asja, Univrsity of Physics, Ljubljana, Sloreniije, (2000)*
- [37]: *Proceedings of the XVI International Symposium on NQR Spectroscopy, Hiroshima, Japan (2001)*

- [38]: *Nuclear Quadrupole Resonance and Relaxation*, J.A.S. Smith, Chemistry Department, King's College, London (1994-1997)
- [39]: "Spin-1 NQR Theory with Comparisons to NMR", Y. K. Lee, *Concepts in Mag. Res.*, Vol 14(3), 155-171 (2002).3
- [40]: "Lie Algebras in Particles Physics", Howard Georgi, The Benjamin/Cummings Publishing Company, 1982.
- [41]: H. Robert, A. Minuzzi, D. J. Pusiol, *JMR A* 118, 189-194 (1996).
- [42]: Miller, Suits, Garroway, *JMR* 151, 228-234 (2001)
- [43]: S Vega, *Theory of T1 relaxation measurements in pure NQR for spins I=1*, *J. of Chem. Physics*, vol 61, N°3 – 1093-1100 (1974).
- [44]: *Mathematical Methods of Physics*, 2° edition, Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1970.
- [45] : *Table of Integrals, Series and Products*, Gradshteyn – Ryzhik, Academia Press (1980), pag. 415.
- [46]: J. D. Jackson, «*Electrodinámica Clásica* », Ed. Alhambra, 1966.
- [47]: D. I. Hoult, *JMR* 33, 183 (1979).
- [48]: "Principles of Magnetic Resonance", C.P. Slichter, *Solid-State Sciences 1*, Springer (1996)
- [49]: "Electromagnetic Analysis and Design in MRI", Jianming Jin, CRC Press, New York (1999).
- [50]: A. S. Peschkovsky, L. Cerioni, T. M. Osan, N.I. Avdievich, D. Pusiol, *Solid.State NMR* 30, 75-80 (2006).
- [51]: G. Giovannetti, R. Francesconi, L. Landini, M.F. Santarelli, V. Positano, V. Viti y A. Benassi, *Conc. Mag. Res. Part B (Magnetic Resonance Engineering)*, 20B, 9-16 (2004).
- [52]: Departamento de Física Aplicada III, Universidad de Sevilla, http://laplace.us.es/wiki/index.php/Campo_magn%C3%A9tico_de_una_espira_rectangular#Enunciado
- [53]: C. Hayes, W. Edelstein, J. Schenck, O. Mueller and M. Eash, *JMR* 63, 622-628 (1985).
- [54]: James Tropp, *JMR* 82, 51-62 (1989)

- [55]: Bloch et al. ,*Physics Review* 70, 474,(1946).
- [56]: *Birdcage-Builder, versión 1.0, Center for NMR Research, Penn State College of Medicina.*
- [57]: *Teoría de los circuitos I, J. C. Arienti, UTN Reg. Córdoba, Pág. 121-122 (1980)*
- [58]: A .S. Peshkovsky, Forguez, L.Cerioni, *Pusiol, JMR, 177, issue 1, 67-73 (2007).*
- [59]: Carlos D. Gallo y Fernando Zuriaga (2009). “*Aparato y método de programación del mismo para múltiple excitación de sensores de equipos de RMN y/o RCN*”, patente presentada por CONICET y UNC el 28/01/2010, con Acta N° 20100100226.
- [60]: T.Kushida, G.B.Benedek and N.Bloembergen, *Phys. Review, V 104,5,1364-1377 (1956).*
- [61]: <http://adhesivos.com.mx/esp/especificaciones/adhes/hexam200.htm>
- [62]:http://www.atanor.com.ar/eng/domestic_business/quimicos/hojas_de_datos_de_seguridad_pdf/7210.pdf
- [63]: H.Gutowsky, R. Bernheim y H. Tarkow, *J. Polymer Sci, 44, 143-148 (1960)*
- [64]: R.Llewit y B. Mazelsky, *J. Appl. Phys., 43 (8), 3386, (1972).*