Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

KATEDRA EXPERIMENTÁLNÍ FYZIKY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Analýza a minimalizace mrtvé doby Mössbauerových spektrometrů

Autor:	Pavel Kohout
Studijní program:	B1701 Fyzika
Studijní obor:	Aplikovaná Fyzika
Forma studia:	Prezenční
Vedoucí práce:	RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Termín odevzdání práce:	7. 5. 2012

Děkuji svému vedoucímu bakalářské práce RNDr. Jiřímu Pechouškovi, Ph. D.

za vedení, ochotnou pomoc, cenné rady a čas, který mi věnoval při vzniku této práce.

Prohlašuji, že jsem předloženou bakalářskou práci vypracoval samostatně pod vedením RNDr. Jiřího Pechouška, Ph.D. a že jsem použil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci ……. ...…….....

Bibliografická identifikace:

Jméno a příjmení autora	Pavel Kohout
Název práce	Analýza a minimalizace mrtvé doby Mössbauerových spektrometrů
Typ práce	Bakalářská
Pracoviště	Katedra experimentální fyziky
Vedoucí práce	RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Rok obhajoby práce	2012
Abstrakt	Cílem práce je analýza a minimalizace mrtvé doby Mössbauerových spektrometrů vytvořených technikou virtuální instrumentace.
Klíčová slova	Mössbauerův spektrometr, Mössbauerova spektroskopie, mrtvá doba, virtuální instrumentace
Počet stran	42
Počet příloh	0
Jazyk	Český

Bibliographical identification:

Autor's first name and surname	Pavel Kohout
Title	Analysis and minimalization of dead time of Mössbauer spectrometers
Type of thesis	Bachelor
Department	Department of Experimental Physics
Supervisor	RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
The year of presentation	2012
Abstract	The aim of this work is analysis and minimalization of dead time of Mössbauer spectrometers, which was created by technology of virtual instrumentatation.
Keywords	Death time, Mössbauer spectrometer, Mössbauer spectroscophy, virtual instrumentation
Number of pages	42
Number of appendices	0
Language	Czech

Obsah

Obsah 6
1 Teoretická část 8
1.1 Mössbauerova spektroskopie 8
1.2 Mössbauerův spektrometr jako virtuální měřicí přístroj 8
1.2.1 Konfigurace spektrometru 9
1.2.2 Amplitudový analyzátor a akumulace spekter 10
1.2.3 Systém řízení rychlosti 11
2 Experimentální část 14
2.1 Mrtvá doba 14
2.1.1 Vznik mrtvé doby 14
2.1.2 Minimalizace mrtvé doby 14
2.2 Použité přístroje 15
3. Výsledky a diskuze 16
3.1. Optimalizace parametrů zpracování signálu z detektoru 16
3.1.1 Průběh jednoho pulzu 16
3.1.2 Optimalizace zpracování signálu z detektoru 17
3.1.4 Závislost šířky píku (width) a vzorkovací frekvence na rychlosti měření 19
3.1.5 Průměrování 20
3.1.4 Mrtvá doba měření MCA 21
3.2 Optimalizace rychlosti měření a kvality spekter 22
3.2.1 Zjišťování vlivu frekvence pohybu na rychlost měření 22
3.2.2 Vliv hodnoty průměrování na kvalitu výsledných spekter 24
3.2.3 Porovnání detektorů 25
3.2.4 Nelinearita rychlostní osy a šířka spektrální čáry MS 26
3.3. Úpravy a optimalizace programového kódu 29
3.3.1 Měření mrtvé doby 29
3.3.2 Paralelizace zpracování dat 30
3.3.3 Advanced Fetching Options 35
Závěr 41
Seznam použitých pramenů 42

Úvod

V roce 1957 objevil německý fyzik Rudolf Mössbauer bezodrazovou rezonanční absorpci a emisi fotonů gama jádry určitých prvků. Posléze byl tento jev pojmenován po něm jako Mössbauerův jev. Dnes, po více jak 55 letech od objevu tohoto jevu, je spektroskopie na tomto jevu založená důležitou experimentální metodou nejenom fyziky pevných látek a chemie, ale v posledních letech se stále více uplatňuje i v geologii, biologii, medicínském výzkumu a průmyslové kontrole [1].

Vzhledem k širokému uplatnění této metody, a její náročnosti je přístrojový čas velmi drahý. Spektra jsou často měřena po dobu několika desítek hodin, čímž se měření prodražuje a znemožňuje měření dalších vzorků. Tato práce se zabývá analýzou a minimalizací mrtvé doby, což je doba, po kterou přístroj neměří. Minimalizací mrtvé doby lze dosáhnout rychlejšího měření a tím nejen úspory přístrojového času, ale i úspory finanční.

1 Teoretická část

1.1 Mössbauerova spektroskopie

Jak již bylo řečeno v úvodu, Mössbauerova spektroskopie využívá Mössbauerova jevu, což je bezodrazová rezonanční emise a absorpce γ záření jádry atomů určitých prvků (Fe, Sn, Au…). Rozhodující úlohu hraje krystalová mřížka. Fyzikální podstata tohoto je popsána v mnoha publikacích, např. v [1].

K experimentálnímu pozorování Mössbauerova jevu se nejčastěji využívá modulace frekvence záření pomocí Dopplerova jevu. V nejčastější tzv. transmisní geometrii měření přístroj registruje záření procházející vzorkem a okamžitou rychlost, kterou se pohyboval zářič. Z rychlosti pohybu zářiče se dá spočítat odpovídající změna energie fotonu podle vzorce:

$$\Delta E = Ep\frac{v}{c}cos\alpha, \qquad (1)$$

kde E_p je energie přechodu jádra z excitovaného do základního stavu, v je rychlost pohybu, c rychlost světla ve vakuu a α je úhel mezi směrem pohybu a směrem vyzařování. Většinou se ale rychlost pohybu nepřepočítává na energii a spektra jsou uváděna v rychlostních jednotkách mm/s. **Mössbauerovo spektrum** pak zobrazuje intenzitu průchodu rezonančního záření absorbérem (v transmisní geometrii měřeni) při dané vzájemné rychlosti pohybu zářiče vůči absorbéru [1, 2].

Změna energie záření Dopplerovým jevem je velmi malá, což umožňuje zjištění hyperjemné struktury energetických hladin v jádře. Díky tomu je Mössbauerova spektroskopie jedna z nejpřesnějších metod umožňující získat informace o magnetických stavech, okolí jader a struktuře látek. Dále se Mössbauerova spektroskopie vyznačuje vysokou prvkovou selektivitou a umožňuje identifikovat požadované složky, i když se v materiálu vyskytují ve velmi malém množství. V neposlední řadě je také výhodou to, že se jedná o neinvazivní metodu – vzorek není při analýze znehodnocen [1, 2, 3].

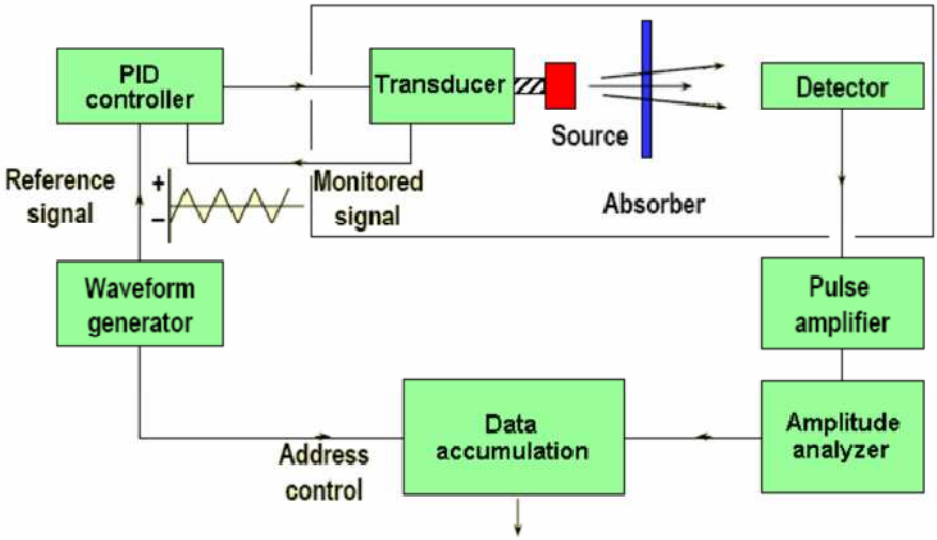
1.2 Mössbauerův spektrometr jako virtuální měřicí přístroj

Současné technologie umožňuji dříve složité analogové obvody nahradit výkonným počítačem s DAQ (Data Acquisition) rozhraním a DSP (Digital Signal Processing) softwarem. Vzniká tzv. **virtuální přístrojová technika,** kombinace hardwaru a softwaru s průmyslově standardizovanými počítačovými technologiemi, určena k tvorbě uživatelsky

definovaných přístrojových řešení. Moderní měřicí a testovací systémy se již neobejdou bez využití počítačové techniky, což ovlivňuje i konstrukci Mössbauerových spektrometrů [2].

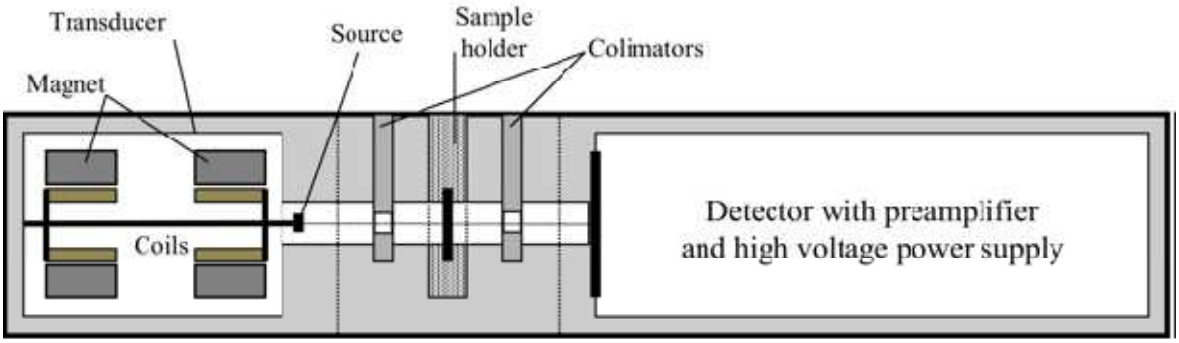
1.2.1 Konfigurace spektrometru

Klasický Mössbauerův spektrometr se skládá z několika částí. Generátor signálu generuje signál pro pohybové zařízení (transducer), které je řízeno PID regulátorem. Radioaktivní zářič (na obrázku 1 červeně) je upevněn na pohybovém zařízení, které pomocí Dopplerova jevu moduluje frekvenci γ-záření. Toto záření prochází vzorkem, kde je částečně pohlceno a potom detekováno pomocí detektoru (nejčastěji scintilačního). Signál z detektoru je nejprve zesílen a potom zpracováván. Dnes většinu analogových prvků nahradily DSP zařízení a algoritmy.



Obrázek 1 | Blokový diagram standardního Mössbauerova spektrometru [3, 4].

Na obrázku 2 je vidět typické uspořádání spektrometrické lavice, která obsahuje již zmíněné pohybové zařízení, radioaktivní zdroj, držák na vzorek a detektor s předzesilovačem a zdrojem vysokého napětí.

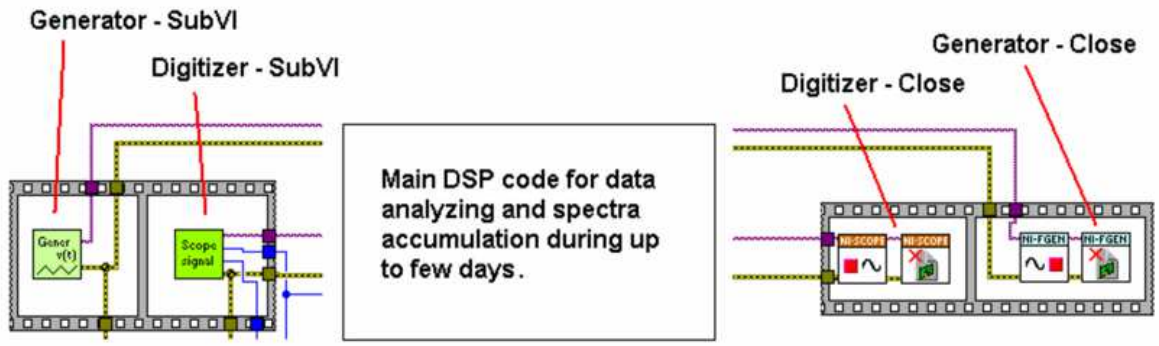


Obrázek 2 | Spektrometrická lavice pro Mössbauerův spektrometr [3].

1.2.2 Amplitudový analyzátor a akumulace spekter

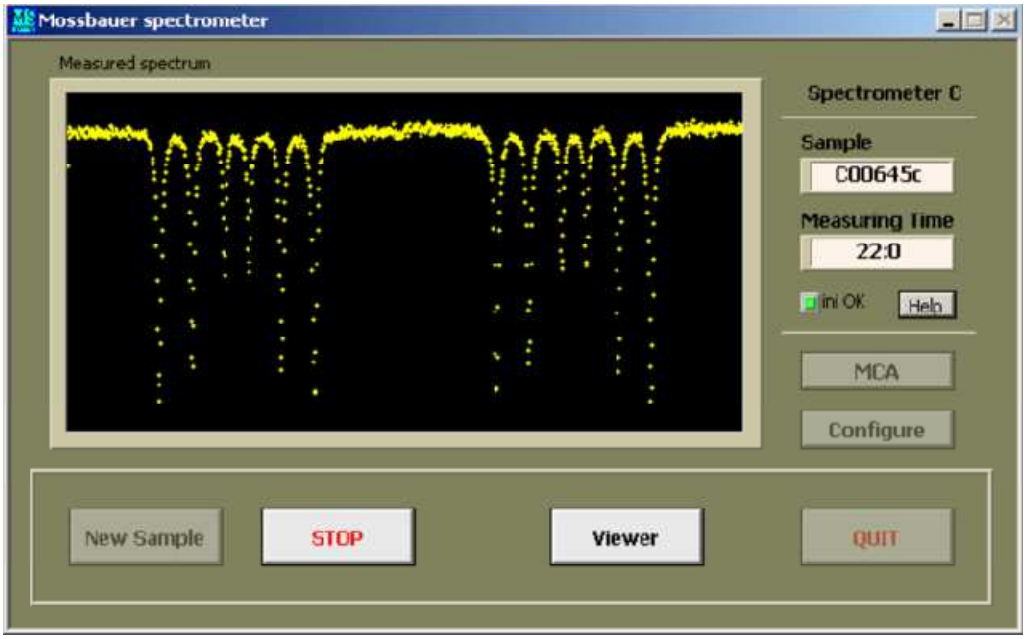
Detekce γ-záření a amplitudový analyzátor jsou založeny na vysokorychlostním digitálním osciloskopu. Impulzy z detektoru reprezentují registrované jaderné události, jejichž amplituda odpovídá energii detekovaného γ fotonu. Vzorkovací rychlost výstupního signálu z detektoru závisí na typu detektoru (scintilační, plynový, polovodičový).

Proces akumulace dat v sobě kombinuje informaci o rychlosti pohybu radioaktivního zdroje s registrovanou intenzitou γ-záření. Vzorkem jsou ovlivněny pouze některé fotony jím procházející. Fotony s nerezonanční energií vzorkem procházejí a jsou detekovány jako pozadí spektra, zatímco fotony s rezonanční energií jsou absorbovány a tím se ve spektru pozoruje minimum četnosti, při dané rychlosti pohybu. Amplitudový diskriminátor je založen na LabVIEW WPkD (Waveform Peak Detection) funkci. Další softwarové části provádějí mnohakanálovou analýzu (MCA) signálu z detektoru. Na obrázku 3 je znázorněn základní koncept blokového diagramu spektrometru v LabVIEW kódu. Tento kód synchronizuje DAQ procesy pro generování signálu rychlosti a zpracování signálu z detektoru [3, 4, 5].



Obrázek 3 | Základní koncept blokového diagramu spektrometru [3].

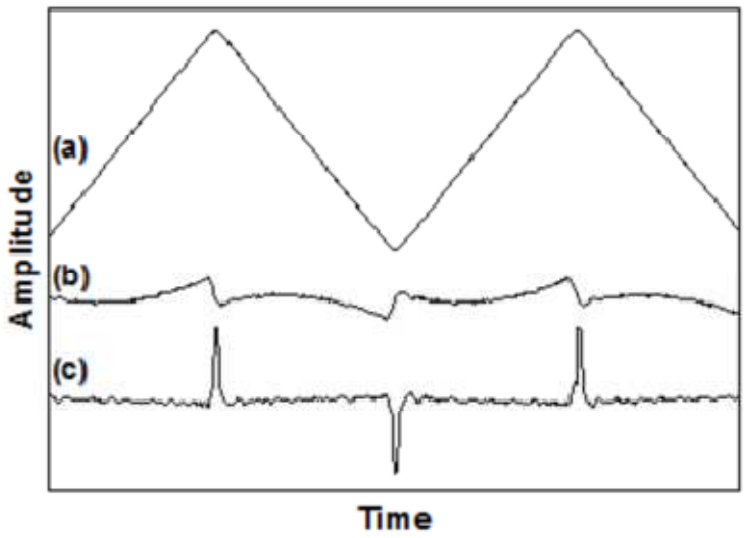
Další podprogramy (SubVI) pro práci s daty, konfiguraci měření, atd. jsou zahrnuty v aplikaci. Čelní panel hlavní aplikace je znázorněn na obrázku 4 [3].



Obrázek 4 | Čelní panel hlavní aplikace.[3, 5]

1.2.3 Systém řízení rychlosti

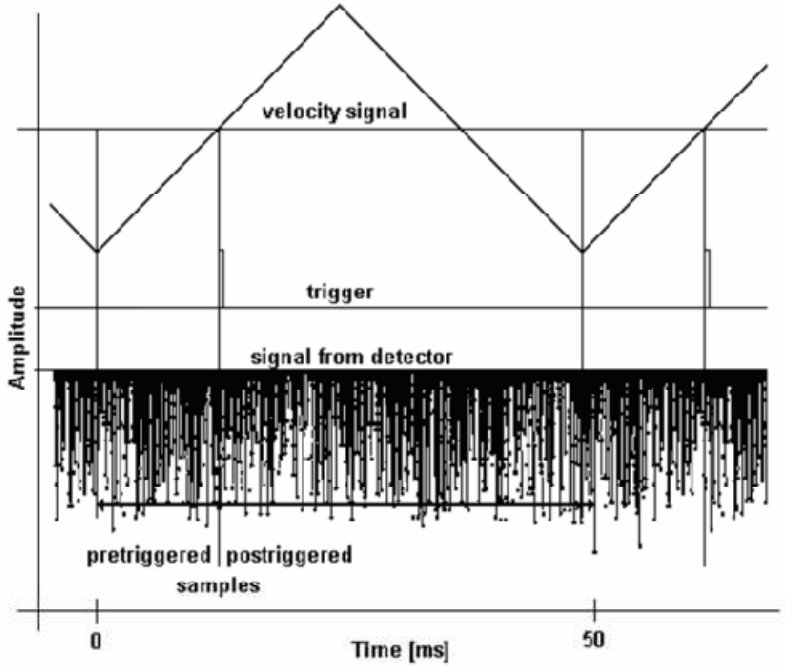
Běžný systém řízení rychlosti pro Mössbauerův spektrometr se skládá z generátoru signálu rychlosti, PID regulátoru a elektromechanického lineárního převodníku (motoru), ke kterému je připevněn radioaktivní zdroj. Referenční signál rychlosti je veden přes PID regulátor do řídicí cívky motoru a signál z měřicí cívky se vede zpět do PID regulátoru. Typický signál referenční rychlosti a), řídicí signál b), a signál chyby c) jsou znázorněny na obrázku 5. Signál rychlosti má frekvenci obvykle desítky Hz, a tedy i další přidružené signály [3 ,4].



Obrázek 5 | Signál rychlosti a), řídicí signál b), a signál chyby c) používané v rychlostní jednotce.[3, 4]

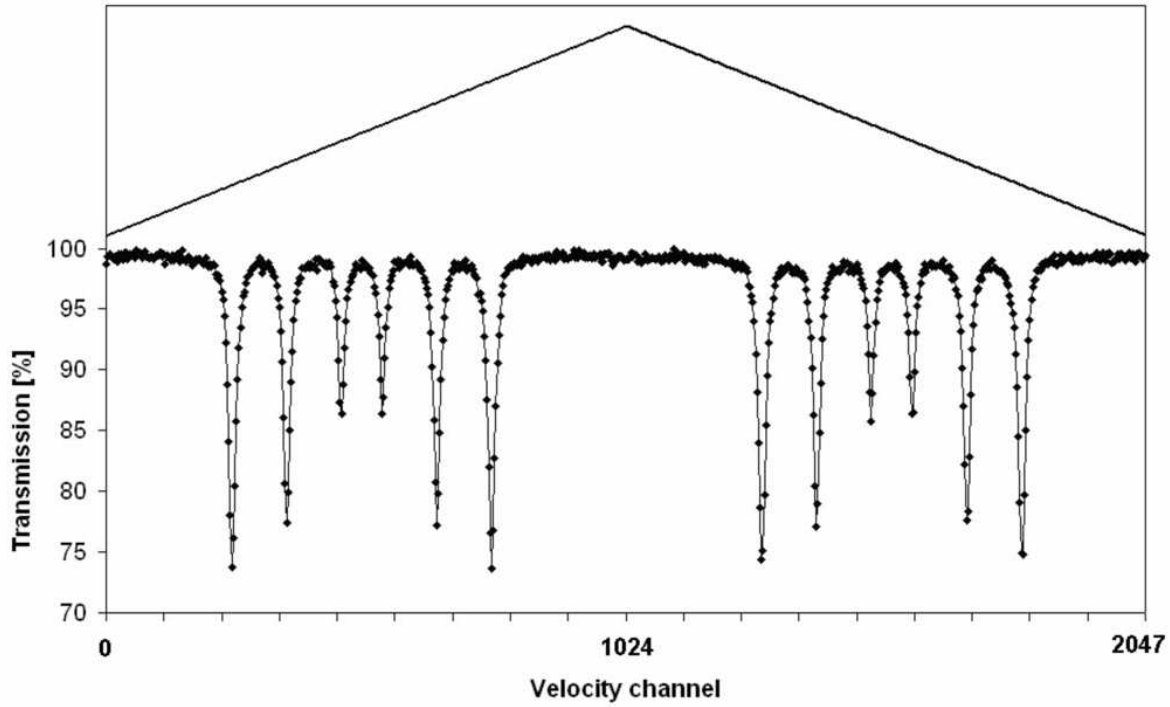
Jako generátory rychlosti jsou využity generátory analogového signálu od firmy National Instruments., které jsou propojené s digitálním PID regulátorem. Dále, s využitím flexibility konceptu virtuálního přístroje, může být generátor nahrazen např. multifunkční kartou s vhodným analogovým výstupem na platformách USB, PCI i PXI. Jednou z výhod použití PXI a PCI modulů je, že obsahují RTSI (Real-Time System Integration) sběrnici, která umožňuje přenos rychlých spouštěcích (trigger) signálů, které slouží k synchronizaci procesu akumulace spekter s pohybem zdroje. [3]

Na obrázku 6 je zobrazen základní princip synchronizace DAQ procesů pomocí popsané techniky. Signál rychlosti je generován s danou frekvencí a trigger signál synchronizuje zpracování signálu z detektoru. [3]



Obrázek 6 | Synchronizace DAQ procesů.[3]

Každá perioda pohybu zdroje je rozdělena na 2048 rychlostních/časových intervalů. Příslušný počet detekovaných fotonů nashromážděných během tohoto každého časového intervalu je uložen do příslušného rychlostního kanálu spektra. Proces akumulace spektra se provádí periodickým sčítáním těchto dat za každou periodu po dobu několika hodin až dnů. Proces akumulace dat pro periodický pohyb (lineární signál rychlosti) je znázorněn na obrázku 7. [3]



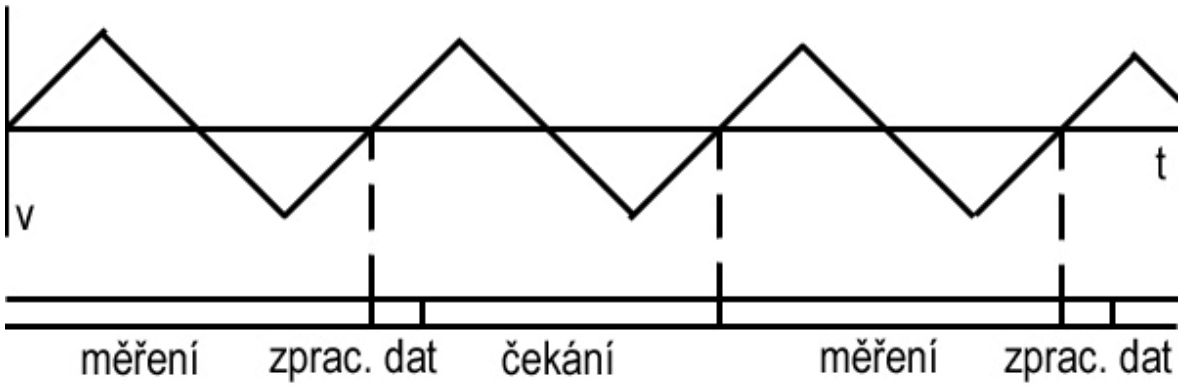
Obrázek 7 | Akumulace Mössbauerova spektra.[3]

2 Experimentální část

2.1 Mrtvá doba

2.1.1 Vznik mrtvé doby

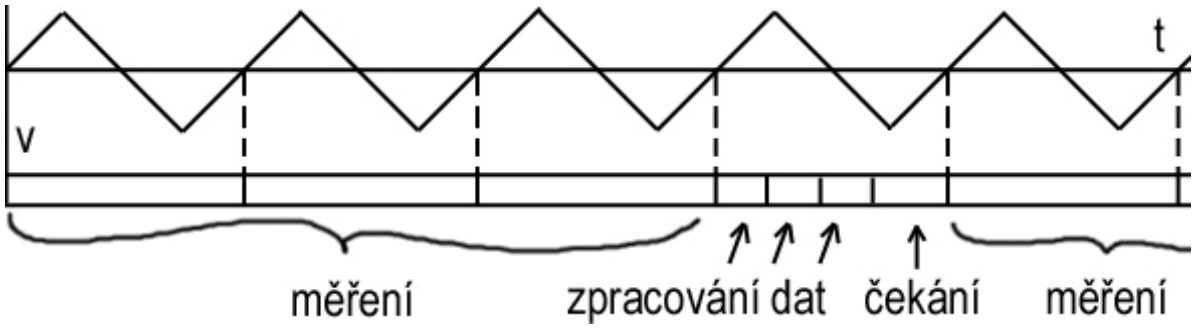
Přes výhody, které digitální zpracování dat přináší je jednou z jeho nedílných součástí vznik mrtvé doby, která vzniká kvůli nutnosti přenášet data z měřicího přístroje do počítače. V současné konfiguraci spektrometr funguje tak, že data z detektoru jsou digitalizována a po periodách odpovídajících pohybu pohybového zařízení posílána do počítače. Poté se čeká na začátek další periody. Tato doba, kdy přístroj neměří, ale zpracovává data, nebo čeká na další periodu, se nazývá mrtvou dobou. Na obrázku 8 je tento proces zobrazen.



Obrázek 8 | Znázornění procesu měření a operace s daty při zpracování po jedné periodě

2.1.2 Minimalizace mrtvé doby

Mrtvá doba diskutovaného systému se dá zmenšit několika způsoby. Nejjednodušší z nich je nastavení správného počtu zpracovávaných period tak, aby celkové zpracování dat zabralo celou následnou periodu a doba čekání byla minimální. Tento optimální počet zpracovávaných period se dá zjistit i experimentálně. Na obrázku 9 lze vidět předpokládaný časový průběh zpracování dat při vyčítání třech period. Dále byly testovány různá nastavení spektrometru, která by měla nejen zmenšit mrtvou dobu, ale i zlepšit kvalitu spekter. Posledním způsobem minimalizace mrtvé doby je optimalizace programového kódu tak, aby zpracování dat trvalo kratší dobu.

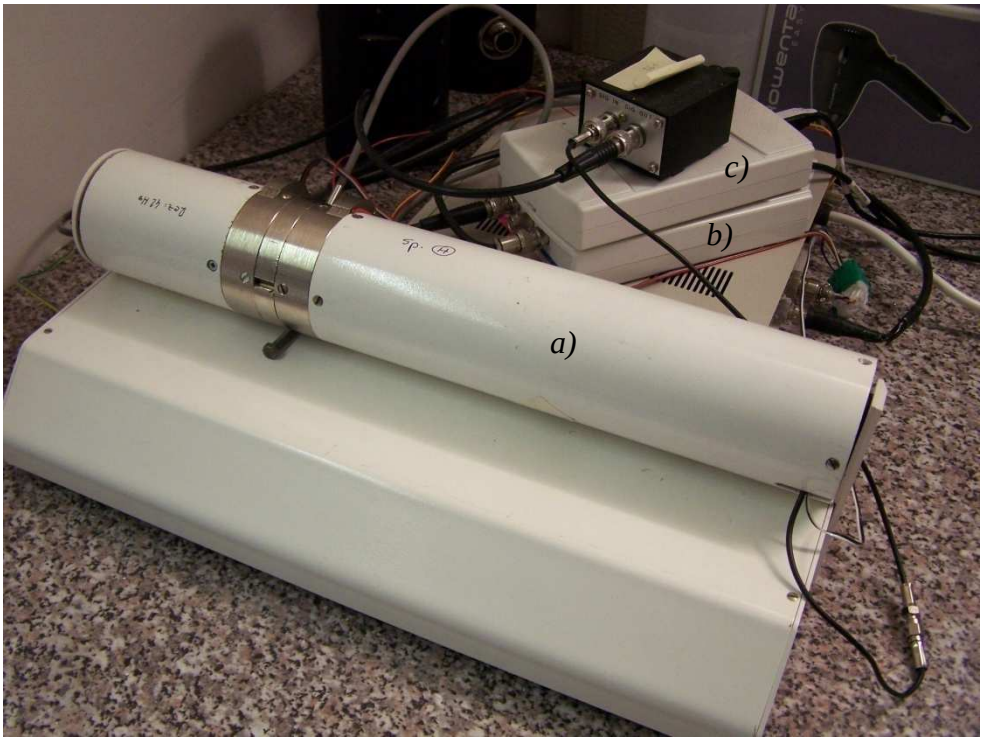


Obrázek 9 | Znázornění procesu měření a operace s daty při zpracování po třech periodách.

2.2 Použité přístroje

Při zpracování studie byly použity tyto přístroje:

- Dva vlastní spektrometry (spektrometrické lavice, na obrázku 10 a)
- digitizér NI USB-5133 (8 bit, 100 MS/s, na obrázku 10 b)
- multifunkční karta NI USB-6215 (16 bit, 250 kS/s, na obrázku 10 c)
- digitizér NI PCI-5124 (12 bit. 200 MS/s)
- funkční generátor NI PCI-5401 (12 bit, 40 MS/s)
- Osobní počítač (Intel Pentium D, 3,43 GHz, 2 GB RAM, Windows XP)



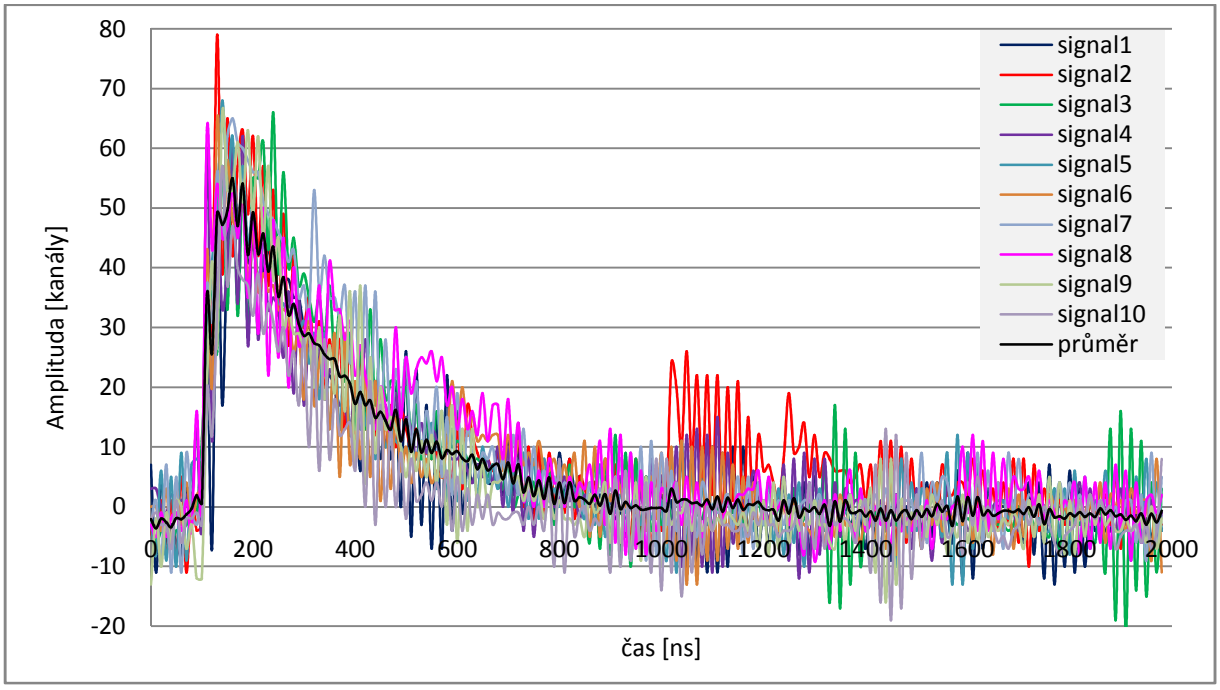
Obrázek 10 | Spektrometr ve verzi USB, a) spektrometrická lavice, b) digitizér, c) funkční generátor (multifunkční karta).

3. Výsledky a diskuze

3.1. Optimalizace parametrů zpracování signálu z detektoru

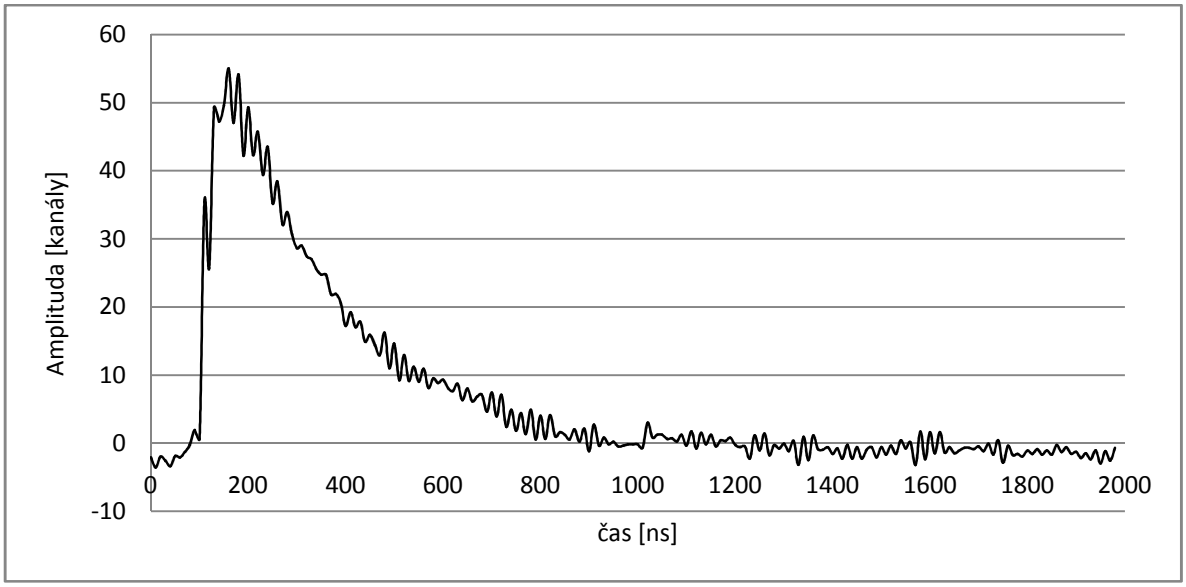
3.1.1 Průběh jednoho pulzu

Pro zjištění optimální délky pulzu (width) pro započítávání do Mössbauerova spektra byly v záznamech signálu z detektoru hledány pulzy odpovídající fotonům o správné energii. Protože je signál značně zašuměný, tak bylo nutné najít několik pulzů (min. 10) a pak je zprůměrovat, čímž se významně zredukoval šum. Signál byl měřen se vzorkovací frekvencí 100 MS/s, přestože se běžně měří při 10 MS/s. Vyšší vzorkovací frekvence byla zvolena proto, aby byl lépe vidět průběh pulzu. Na obrázku 11 jsou zobrazeny všechny pulzy v jednom grafu. Pulzy jsou pro názornost otočeny do kladných hodnot, přestože zaznamenávané napětí má zápornou hodnotu.



Obrázek 11 | 10 impulzů z detektoru položených přes sebe.

Na obrázku 12 je zobrazen aritmetický průměr předchozích deseti pulzů. Je patrné, že došlo k redukci šumu (vyfiltrování průměrováním), ale zůstala zde určitá vysokofrekvenční složka, která zřejmě pochází od funkce fotonásobiče uvnitř detektoru a jeho projevu tzv. „ringing“, případně od dalších elektronických prvků před jeho digitalizací.



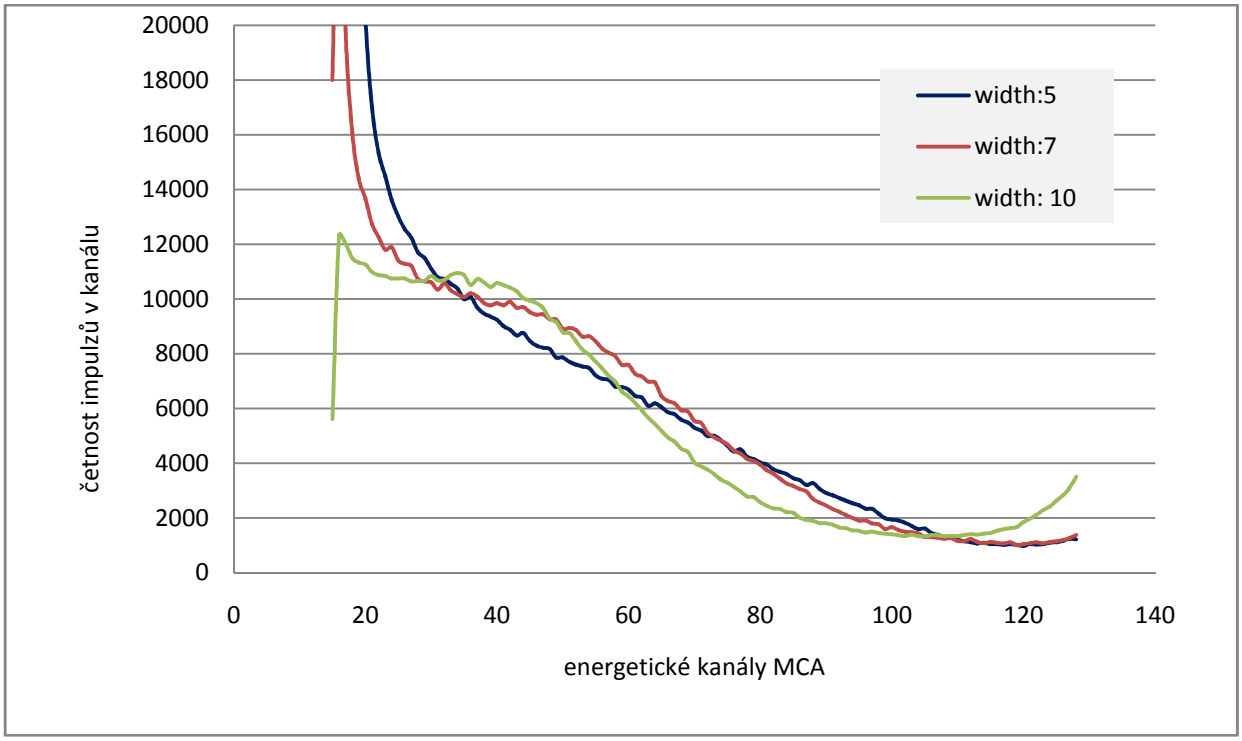
Obrázek 12 | Zprůměrovaný pulz z detektoru s částečně odstraněným šumem.

Nicméně je takto možné najít optimální délku pulzu, která se pohybuje kolem 800 ns. Doba scintilace použitého NaI:Tl scintilátoru je cca 250 ns. Prodloužení je pravděpodobně způsobeno analogovými elektronickými prvky (zesilovač, filtry…).

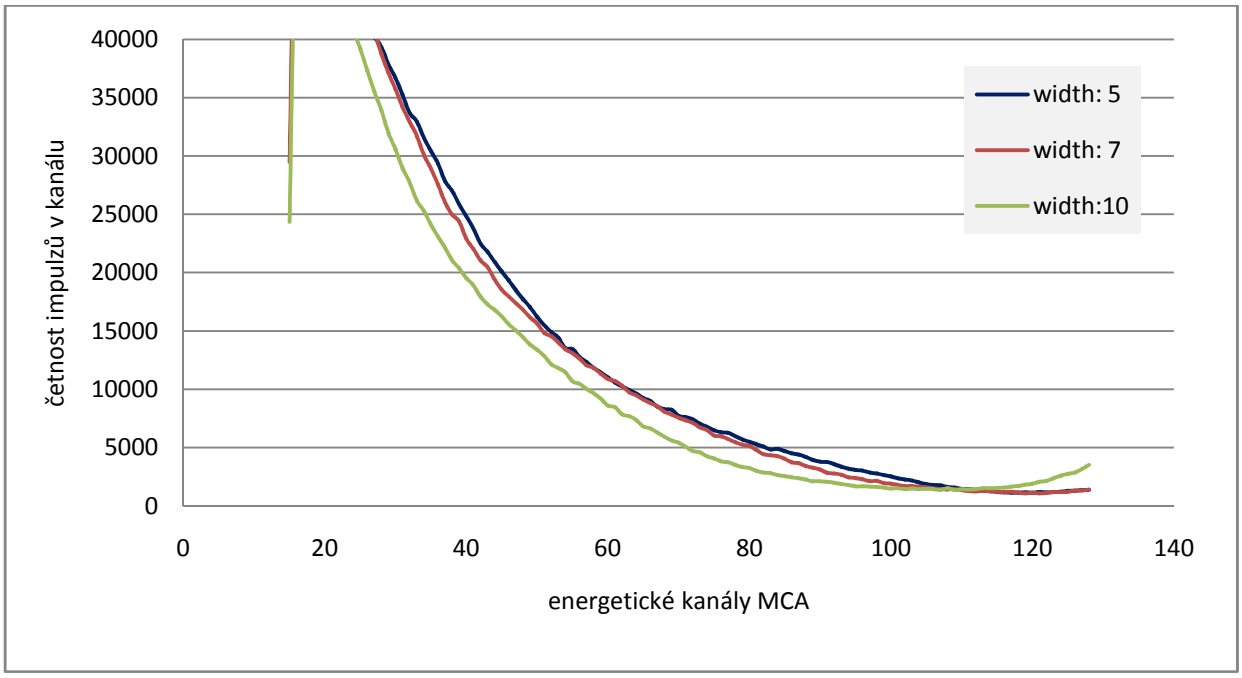
3.1.2 Optimalizace zpracování signálu z detektoru

Šum a neplatné píky lze od platných fotonů rozlišit tedy i podle délky jejich detekovaného pulzu (při použitém principu zpracování a vyhodnocování signálu z detektoru). Pokud použitý algoritmus bude započítávat pouze píky s určitou délkou, pak můžeme dostatečně vyfiltrovat šum a nepotřebný signál.

Tento algoritmus je v programu přítomen a minimální délka započítávaného pulzu se dá ovládat pomocí parametru *width*. Tento parametr je udáván v počtu bodů navzorkovaného impulzu – v tomto případě je vzorkovací rychlost 10 MS/s tudíž jeden dílek je 100 ns. V grafu na obrázku 13 lze u šířky 10 (1000 ns) vidět lokální maximum způsobené právě správnou detekcí mösbauerovských fotonů o energii 14,4 keV. Také u šířky 7 (700 ns) lze (ne moc zřetelně) vidět toto maximum, které je však posunuto k nižším hodnotám. Při nepoužití plastového filtru/držáku (viz obrázek 14) nejdou lokální maxima rozlišit. Plastový filtr/držák filtruje rentgenové záření s energií 6,3 keV a nízkoenergetický šum (záření pozadí apod.), stejně se používá i hliníková fólie (alobal). Tím dochází ke zlepšení detekce mössbauerovských fotonů 14,4 keV a tedy k lepšímu energetickému rozlišení. V celém textu je osa kanálů MCA spektra pro názornost otočena do kladných hodnot.



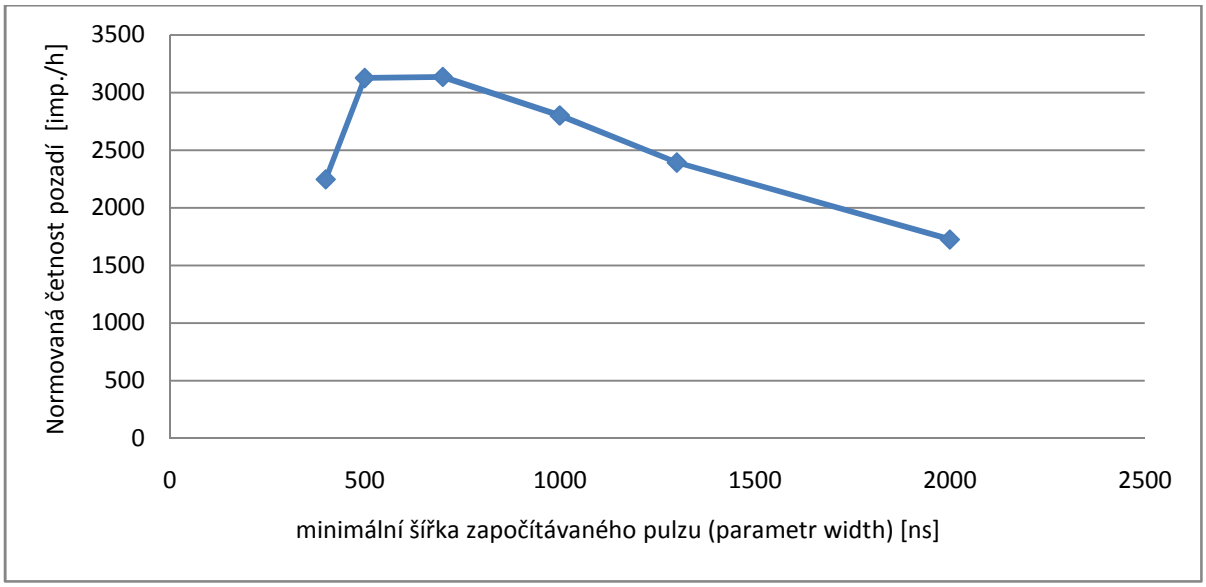
Obrázek 13 | Hledání platných píků podle jejich šířky - s plastovým filtrem.



Obrázek 14 | Hledání platných píků podle jejich šířky – bez plastového filtru.

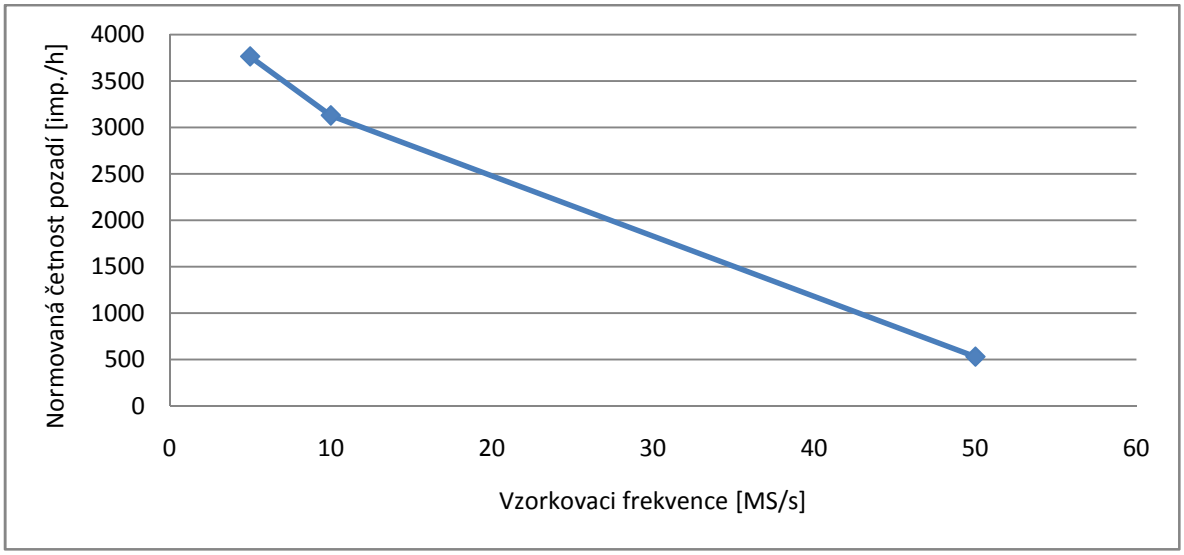
3.1.4 Závislost šířky pulzu (width) a vzorkovací frekvence na rychlosti měření

Byla provedena studie vlivu velikosti parametru width (minimální šířky pulzu, který je započítán do spektra) na četnost impulzů v jenom kanálu pozadí Mössbauerova spektra, při pevné frekvenci pohybu zářiče 35 Hz (viz další studie). Výsledky měření jsou uvedeny v grafu na obrázku 15. Při použití vzorkovací rychlosti 10 MS/s signálu z detektoru se jako nejvýhodnější jevilo nastavení parametru width mezi 5 až 7 dílky (500-700 ns). U nižších šířek dostatečně neodfiltrujeme šum a u vyšších ztrácíme užitečný signál.



Obrázek 15 | Závislost normované četnosti pozadí složeného spektra [imp./h] na šířce píku.

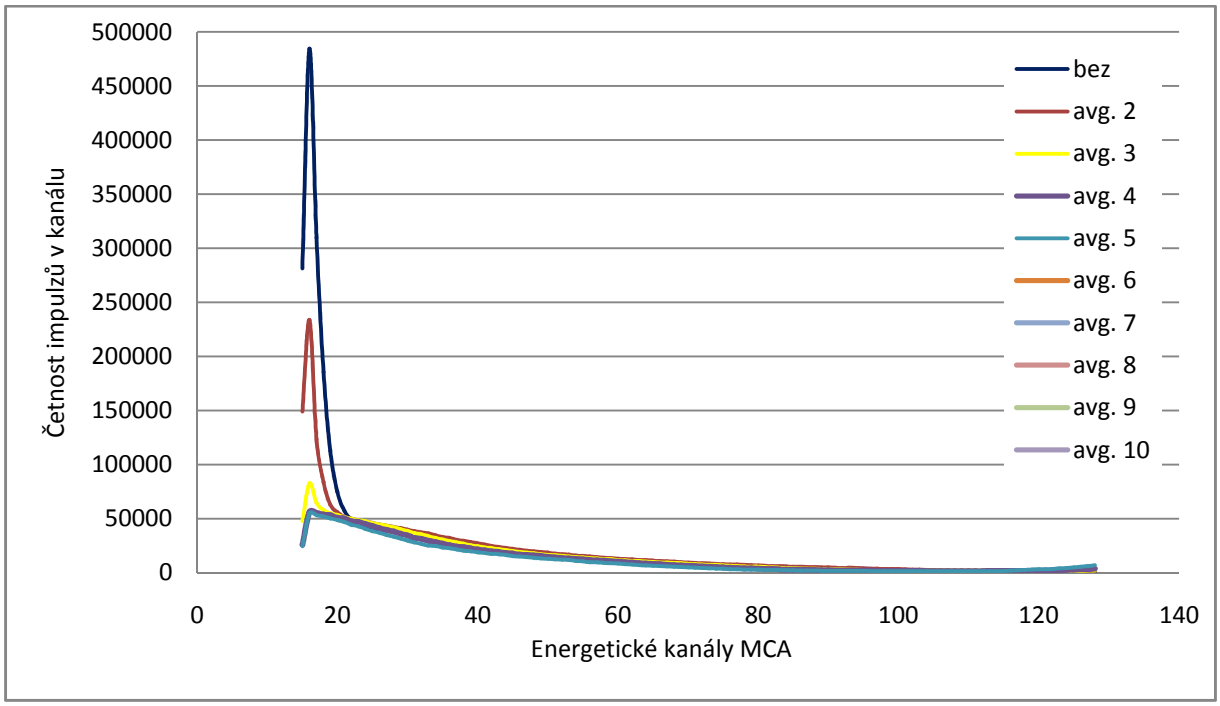
V dalším kroku byla provedena studie vlivu vzorkovací frekvence na rychlost měření popsanou veličinou „normovaná četnost pozadí“ spektra. Z grafu na obrázku 16 je patrné, že nejrychlejší měření bylo se vzorkovací frekvencí 5 MS/s. Ta je však na hranici přesnosti a nedávala příliš dobré výsledky. Nejkvalitnější, ale zároveň nejpomalejší, bylo měření při vzorkovací frekvenci 50 MS/s.



Obrázek 16 | Závislost normované četnosti pozadí spektra [imp./h] na vzorkovací frekvenci.

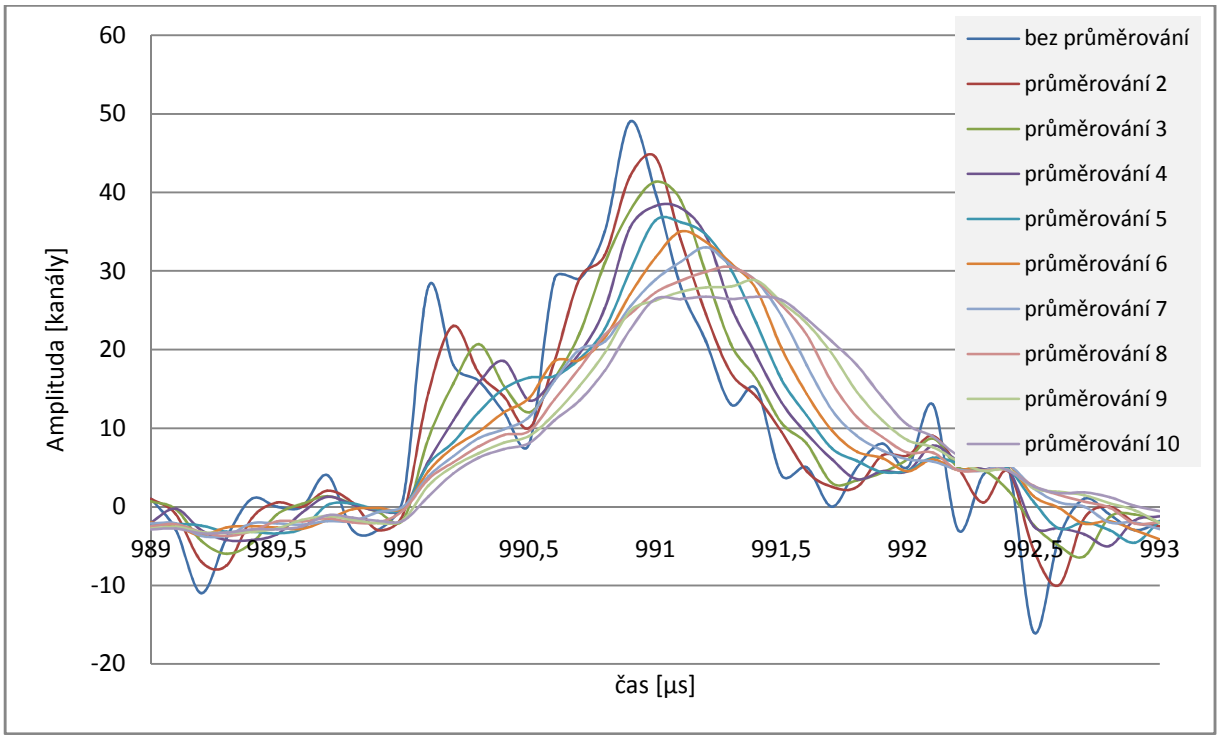
3.1.5 Průměrování

Průměrování je jednoduchý způsob jak efektivně odstranit šum a neužitečný signál. Funguje tak, že ke každému bodu přičte jeden (respektive dva, tři…) z předcházejících bodů a vydělí dvěma (nebo jiným odpovídajícím číslem – odtud průměrování 2, 3, atd.). V grafu na obrázku 17 je vidět jak průměrování odfiltrovává nízkoenergetický šum a také to, že průměrování větší jak 4 je zbytečné.



Obrázek 17 | Mnohokanálová analýza signálu s různým průměrováním.

Na obrázku 18 je zobrazeno průměrování jednoho píku. Lze vidět, jak dochází k vyhlazování zašuměného pulzu s jeho současným prodlužováním a posunem maxima směrem dozadu. Pro tuto studii byla použita vzorkovací frekvence 10 MS/s, která se používá při běžném měření.

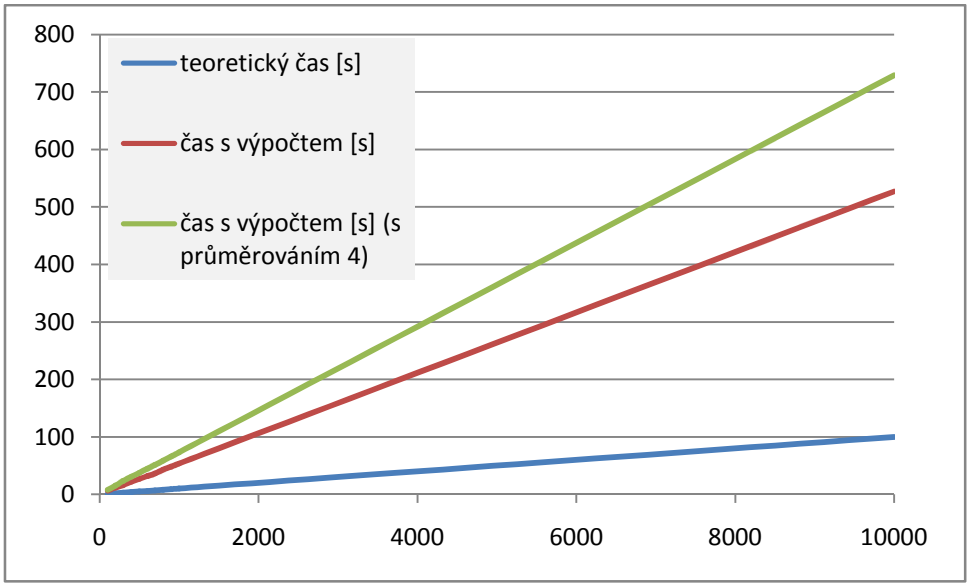


Obrázek 18 | Průměrování jednoho píku.

Průměrování zvyšuje dobu analýzy a tím také prodlužuje dobu měření, která souvisí s výkonností výpočetního systému. Vylepšení tvaru signálu by bylo možné dále provést analogově.

3.1.4 Mrtvá doba měření MCA

V této části byla zaznamenávána celková doba měření a výpočtu MCA spektra a její ovlivnění množstvím analyzovaných dat uchovávaných v paměti systému. Podle očekávání mělo průměrování navyšovat dobu zpracování dat exponenciálně s nárůstem množství dat. To se však nepotvrdilo – nárůst doby zpracování dat byl minimální a tím pádem závislost trvání zpracování dat na množství dat téměř přesně lineární. Analyzovalo se postupně 100 – 10 000 cyklů s délkou 100 000 vzorků, vzorkováno 10 MS/s. Teoretický čas značí čistě „součet dob záznamů průběhu signálu z detektoru“ (např. 100 cyklů s 100 000 vzorky při 10 MS/s odpovídá jedné sekundě záznamu signálu z detektoru).



Obrázek 19 | Závislost počtu cyklů na času měření a výpočtu MCA.

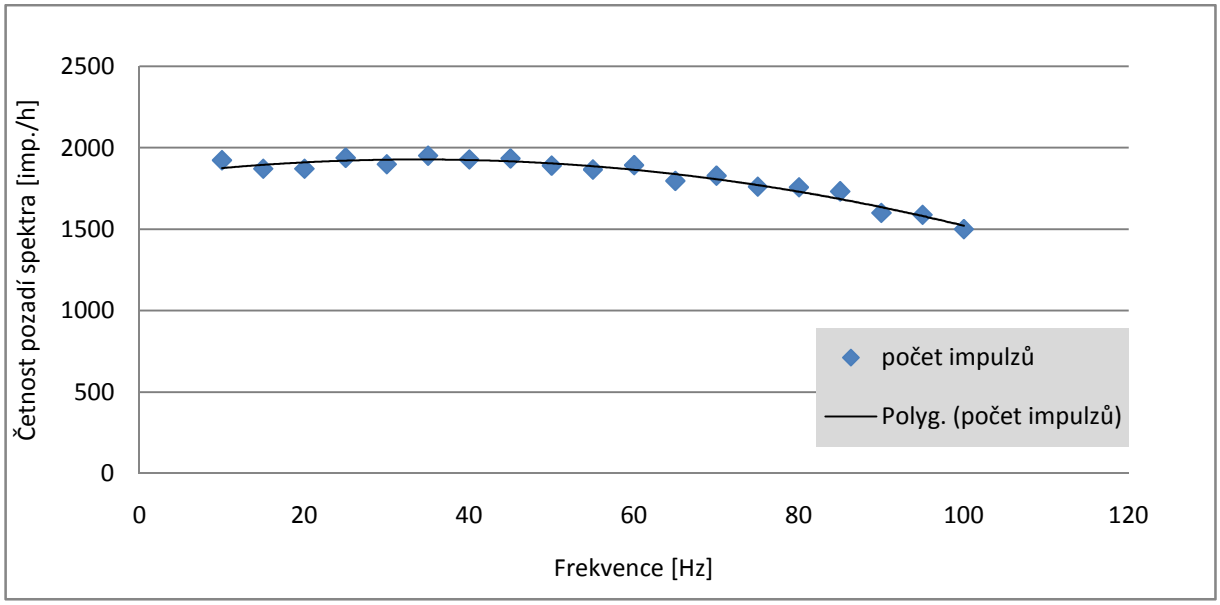
Z grafu na obrázku 19 je patrné, že zpracování signálu počítačem tvoří značnou část z celkové doby měření MCA – cca. 80 % času připadá na zpracování dat. Při použití průměrování se celkový čas měření MCA (na stejnou statistiku) navíc prodlouží 1,4 krát.

3.2 Optimalizace rychlosti měření a kvality spekter

3.2.1 Zjišťování vlivu frekvence pohybu na rychlost měření

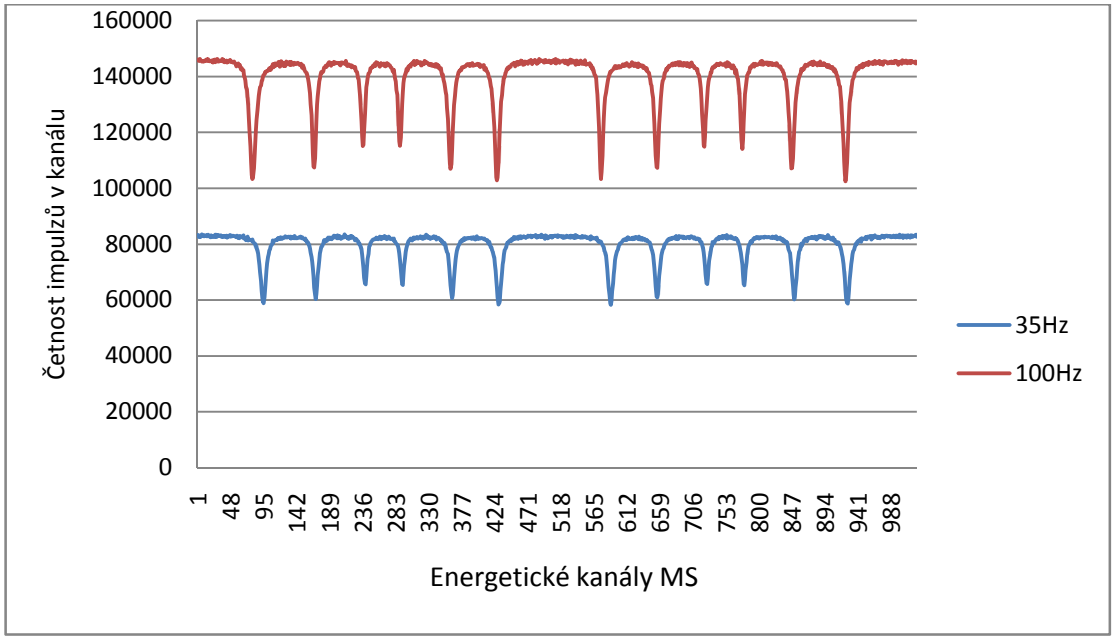
Systém pohybu zářiče byl vyladěn při frekvenci pohybu 35 Hz, nastavena vzorkovací frekvence 10 MS/s, bylo zpracováno 10 period v jednom cyklu a po celou dobu analýzy nebylo do této části zasahováno. Frekvence pohybu byla vždy stejným krokem zvětšována a Mössbauerovo spektrum stejného vzorku (kalibr), bylo vždy měřeno na přibližně stejnou statistickou úroveň pozadí. Zaznamenával se čas měření (součást programu) a počet impulzů v jednom kanálu byl normován na jednu hodinu.

Měřením bylo zjištěno, že optimální frekvence pohybu zářiče je od 25 Hz do 60 Hz. V tomto intervalu podává spektrometr zhruba stejné výsledky. Jako nejoptimálnější se jevila frekvence 35 Hz, při níž bylo registrováno i 2000 impulzů za hodinu a tudíž bylo měření nejrychlejší. Nutno poznamenat, že tato měření probíhala na testovacím spektrometru s velmi slabým zářičem. Výsledky měření jsou vidět v grafu na obrázku 20. Vyladění systému regulátoru na 35 Hz ovlivňuje kvalitu spekter na rychlostní ose, na četnost pozadí. Výsledky by tím tedy neměly být ovlivněny.



Obrázek 20 | Závislost normované četnosti pozadí spketra [imp./h] na frekvenci.

Při příliš vysokých frekvencích docházelo k deformaci spektra vlivem nelineárního zrychlení zářiče. To je zejména způsobeno tím, že PID regulátor nebyl vyladěn na tak vysokou frekvenci. Na obrázku 21 jsou vidět Mösbauerova spektra kalibračního vzorku (α-Fe) měřené při různých frekvencích pohybu a je vidět mírné zkreslení a posun spektrálních čar (viz pozdější studie nelinearity).



Obrázek 21 | Mösbauerova spektra kalibračního vzorku pro 35 Hz a 100 Hz.

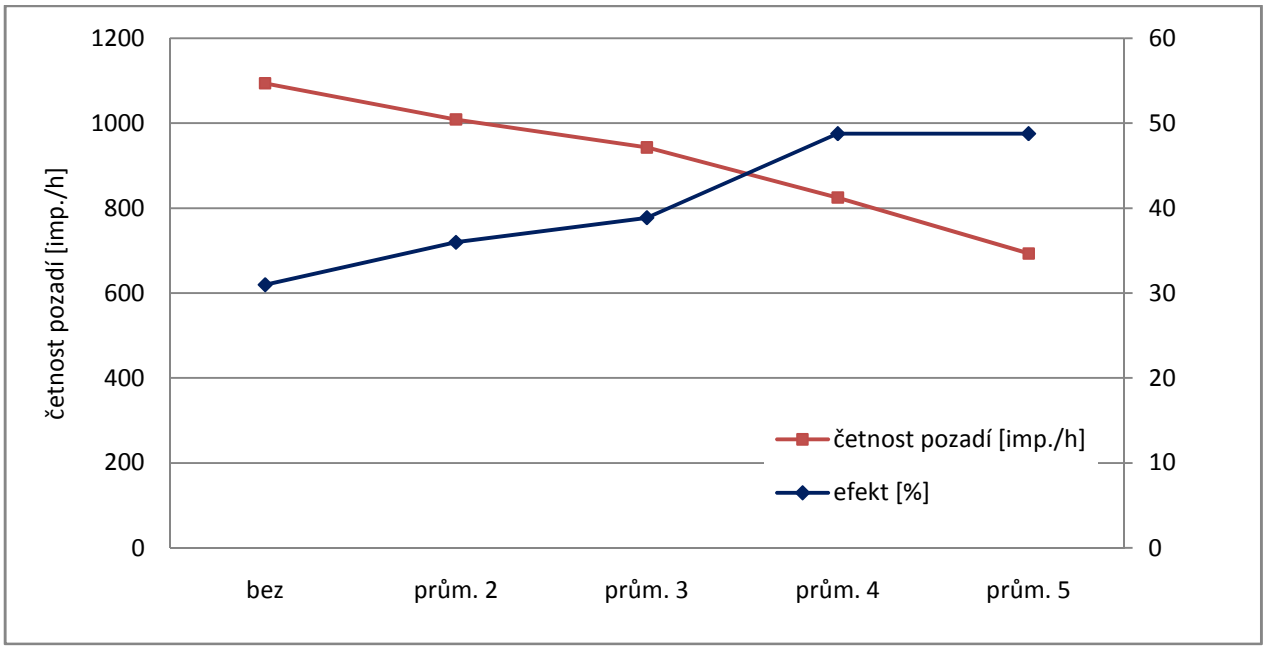
3.2.2 Vliv hodnoty průměrování na kvalitu výsledných spekter

Průměrování sice zvyšuje celkovou dobu analýzy, na druhou stranu zlepšuje vyhodnocování platných píků v signálu z detektoru a je tedy předpokládáno, že by se mohla zlepšit kvalita spektra. Kvalita Mössbauerova spektra se charakterizuje veličinou „rezonanční efekt“, zavedenou vzorcem:

$$\varepsilon = \frac{I_{out}(\infty) - I_{out}(0)}{I_{out}(\infty)}, \qquad (2)$$

kde $I_{out}(\infty)$ je úroveň pozadí, a $I_{out}(0)$ minimum spektrální čáry.

Byly tedy provedeny studie vlivu průměrování na normovanou četnost pozadí a rezonanční efekt, za účelem zjistit, jaká hodnota průměrování je nejoptimálnější. Z grafu na obrázku 22 je patrné, že četnost pozadí se vzrůstajícím průměrováním klesá, na druhou stranu ale se vzrůstajícím průměrováním stoupá rezonanční efekt.

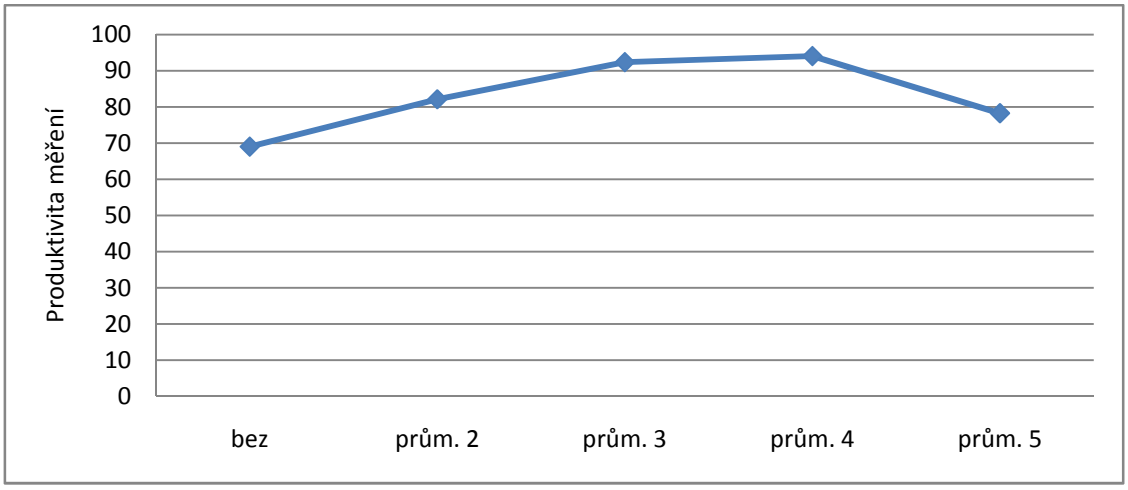


Obrázek 22 | Závislost hodnoty průměrování na četnost pozadí a rezonanční efekt.

Při posuzování kvality naměřených spekter se dále zavádí veličina zvaná produktivita měření daná vzorcem:

$$Q = \varepsilon^2 I_{out}(\infty) = \frac{\left(I_{out}(\infty) - I_{out}(0)\right)^2}{I_{out}(\infty)}. \qquad (3)$$

Závislost produktivity měření Q měřených spekter na hodnotě průměrování je zobrazena v grafu na obrázku 23.

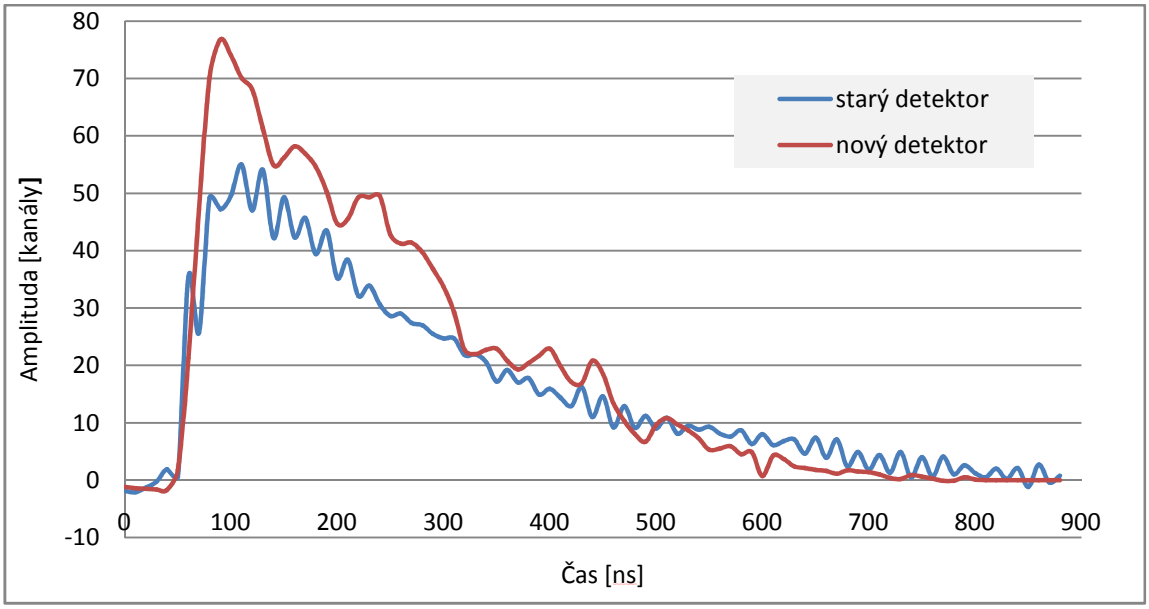


Obrázek 23 | Závislost produktivity měření na průměrování.

Z grafu na obrázku 23 plyne, že nejvyšší produktivita je při průměrování 4. Jak už vyplynulo v části 3.2.2 - vyšší průměrování než 4 je zbytečné a nižší dostatečně neodfiltruje šum a neužitečný signál, jehož detekce pak snižuje kvalitu spektra.

3.2.3 Porovnání detektorů

Měření byla prováděna se dvěma různými detektory. Byla proto provedena studie porovnávající oba detektory. Oba detektory využívaly NaI:Tl scintilátor, lišily se však v elektronice a fotonásobiči, které také ovlivňují signál z detektoru. Na obrázku 24 je zobrazen průběh signálu jednoho píku odpovídající fotonu s energií 14,4 keV při použití „starého“ a „nového“ detektoru. Píky jsou pro názornost otočeny do kladných hodnot, přestože detekované napětí má zápornou hodnotu.

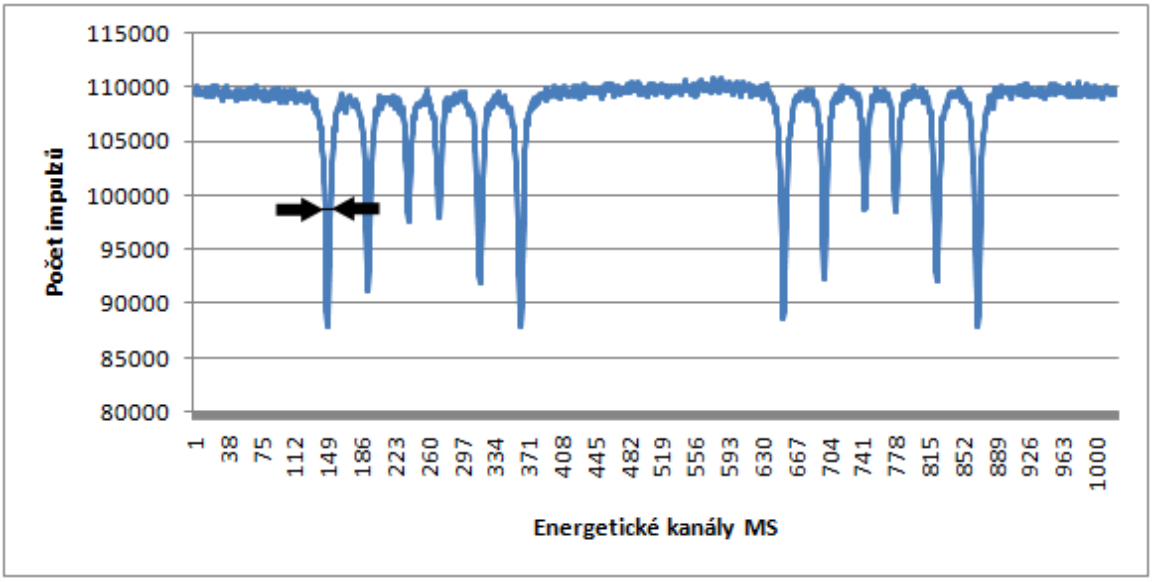


Obrázek 24 | Průběh signálu jednoho píku ze „starého“ a „nového“ detektoru.

Doba scintilace NaI:Tl krystalu je cca 250 ns. Z grafu na obrázku 24 je patrné, že použitá elektronika délku píku prodlužuje více než dvojnásobně, a to na 700-800 ns. U starého detektoru nepatrně více než u nového. Stejně tak má nový detektor vyšší zesílení. Dále také částečně zmizel vliv jevu „ringing“ – vysokoperiodický sinusový šum.

3.2.4 Nelinearita rychlostní osy a šířka spektrální čáry

Parametr nelinearita charakterizuje nelinearitu rychlostní osy Mössbauerova spektra vzhledem k rezonančním čarám kalibračního vzorku. K zjištění tohoto parametru jsou používány různé numerické metody. V tomto případě byl použit fitovací program MOFAST. Parametr šířka spektrální čáry, někdy také zkracovaný anglickou zkratkou FWHM (full width at half-maximum) je šířka čáry v polovině jejího maxima, respektive minima u absorpčních spekter. Význam tohoto parametru je znázorněn na obrázku 25. Tento parametr byl rovněž počítán pomocí programu MOFAST.



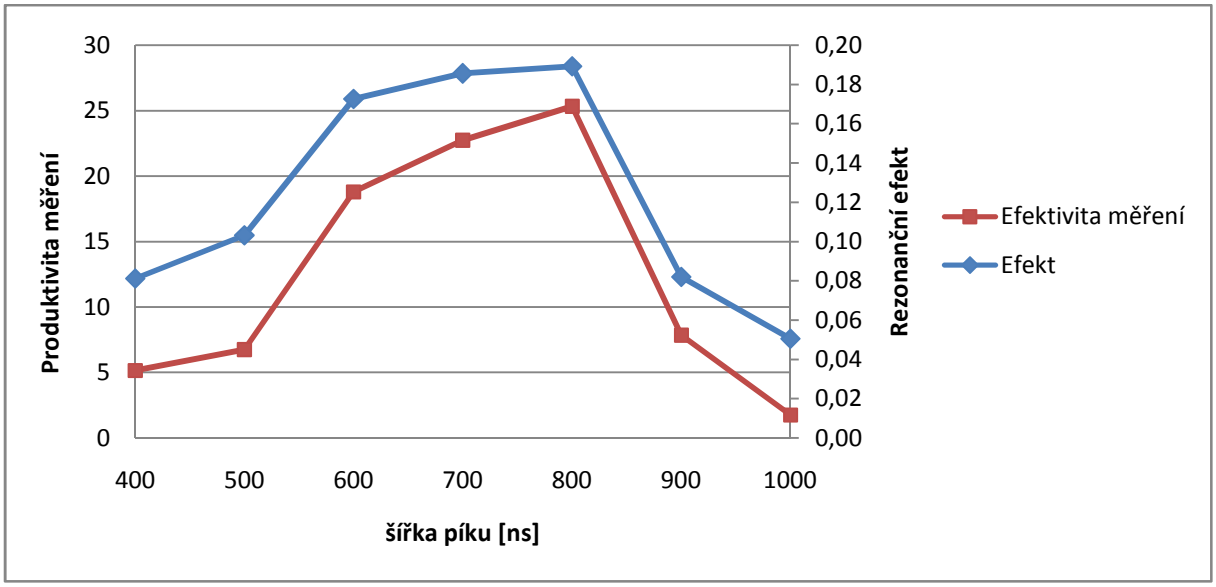
Obrázek 25 | Kalibrační spektrum α-Fe, parametr FWHM znázorněn černými šipkami.

V Tabulce 1 jsou uvedeny různé parametry měřených spekter, včetně parametrů nelinearita a FWHM první čáry v závislosti na minimální započítávané šířce čáry (parametru width).

Měření číslo	Šířka píku [ms]	Průměrná nelinearita [%]	max. nelinearita [%]	min. nelinearita [%]	norm. četnost pozadí (složené)	šířka 3. čáry (náběžná)[mm/s]	šířka 3. čáry (sestupná) [mm/s]	rez. efekt [%]	produktivita měření Q
1	400	0,06	0,09	0,03	1567	0,38	0,33	10,41	8,50
2	500	0,06	0,09	0,03	1267	0,33	0,29	10,30	6,73
3	600	0,05	0,08	0,03	1263	0,31	0,29	17,25	18,80
4	700	0,05	0,07	0,02	1321	0,27	0,26	18,55	22,72
5	800	0,04	0,07	0,03	1416	0,28	0,27	18,92	25,32
6	900	0,06	0,09	0,03	2334	0,36	0,34	8,19	7,82
7	1000	0,06	0,10	0,04	1384	0,39	0,31	5,04	1,76

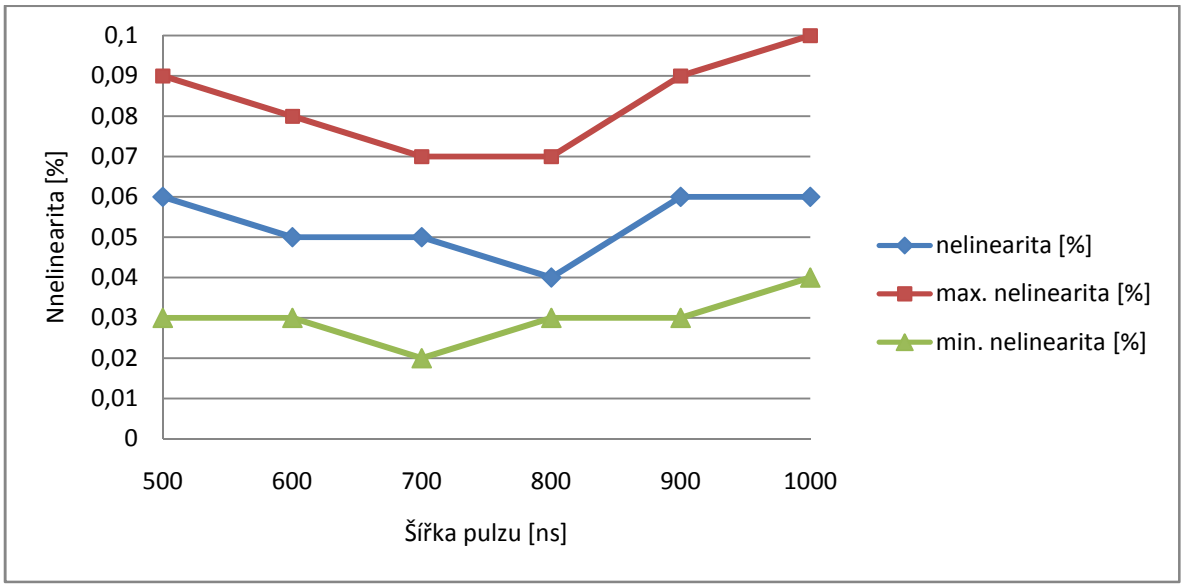
Tabulka 1 | Nelinearita, FWHM, rezonanční efekt a produktivita měření v závislosti na minimální šířce píku.

Vzhledem k tomu, že garantovaná nelinearita spektrometru použitého k měření je 0,1 % jsou i nejhorší naměřené výsledky stále na dobré úrovni.

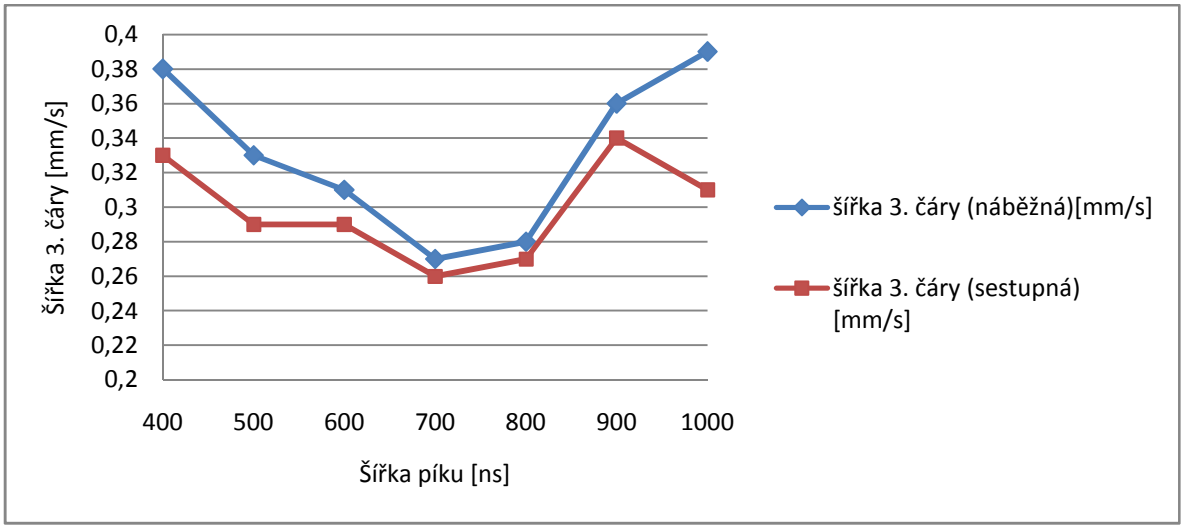


Obrázek 26 | Závislost rezonančního efektu a produktivity měření na šířce píku.

Z grafu na obrázku 26 vyplývá, že nejlepších výsledků bylo dosaženo u minimální šířky píku 800 ns. Rovněž další parametry vycházejí nejlepší kolem šířky píku 800 ns (viz grafy na obrázcích 27 a 28).



Obrázek 27 | Závislost nelinearity rychlostní osy spektra na šířce píku.

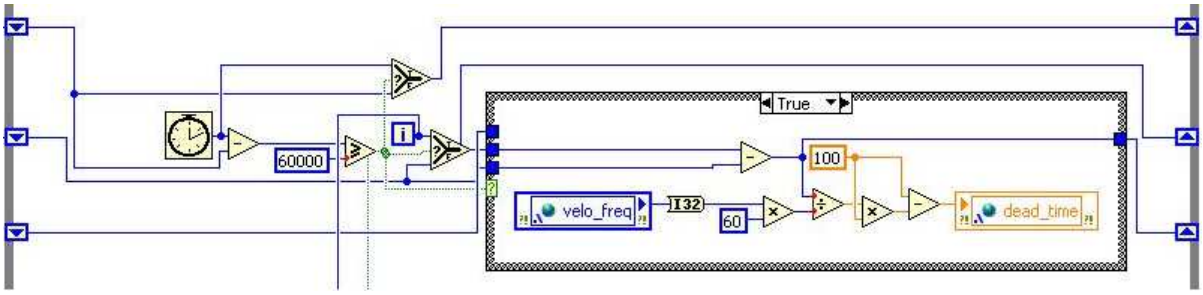


Obrázek 28 | Závislost šířky 3. čáry na šířce píku

3.3. Úpravy a optimalizace programového kódu

3.3.1 Měření mrtvé doby

Do programu obsluhující spektrometr byl přidán „měřič mrtvé doby“ - jednoduchý podprogram, který změří dobu měření spekter a ze zadaných parametrů - frekvence pohybu zářiče a počtu zpracovávaných period spočítá teoretickou dobu měření spekter a podělí ji dobou skutečnou. Blokový diagram tohoto programu je vidět na obrázku 29.



Obrázek 29 | Blokový diagram kódu měřícího mrtvou dobu.

Testy byly prováděny na jiném spektrometru, interně značeném „spektrometr X“ (ve verzi USB) na rozdíl od předchozích testů na spektrometru s interním značením „spektrometr H“, který byl ve verzi PCI. Tyto spektrometry byly až na komunikační rozhraní téměř totožné.

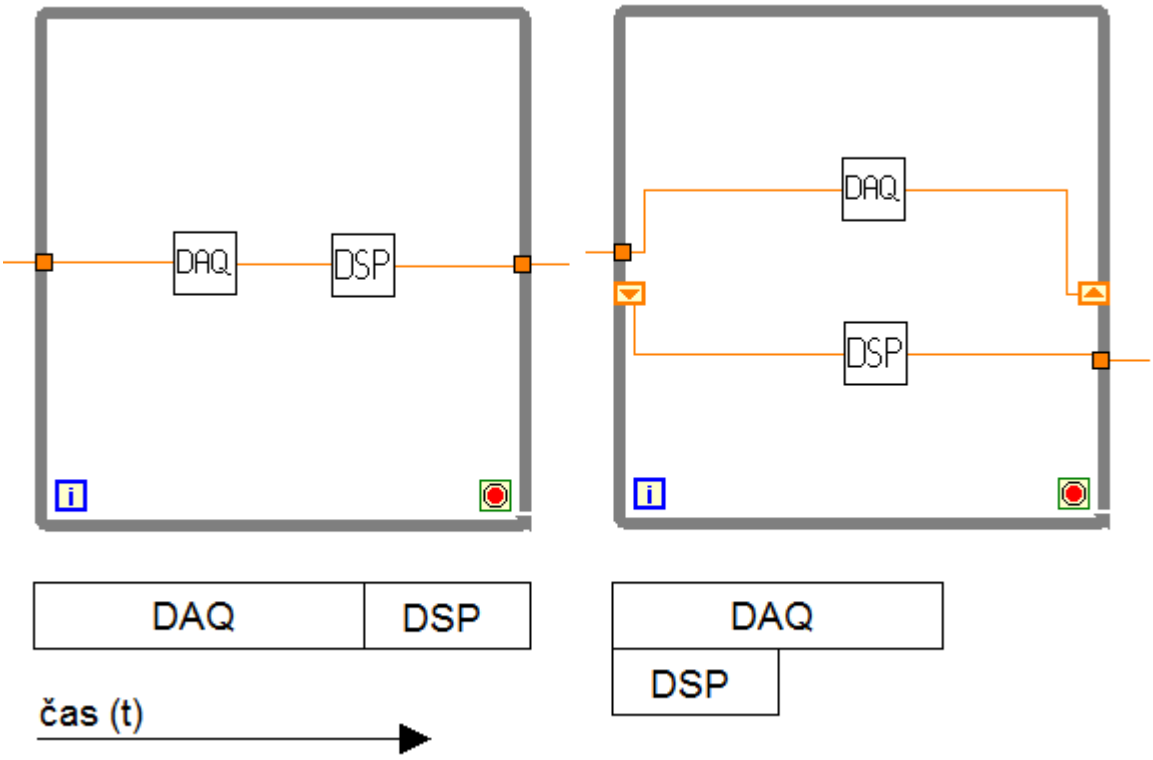
V původní konfiguraci byla mrtvá doba spektrometru cca 67% z celkové doby měření. U porovnávacího měření byla normovaná četnost pozadí 4413 impulzů za hodinu (u složeného spektra – viz např. [1, 2]). V tomto spektrometru byl ale použit silnější zářič, tudíž nelze srovnávat hodnoty četnosti pozadí s předchozími experimenty. Důvodem pro měření na jiném spektrometru bylo hlavně to, že na počítači obsluhujícím „spektrometr X“ bylo

nainstalováno LabVIEW v němž byl program obsluhující spektrometr programován a tudíž šlo změny v programovém kódu okamžitě zkoušet.

3.3.2 Paralelizace zpracování dat

Jako první z optimalizací programového kódu byla vyzkoušena technika tzv. „pipeline“, ve které jsou data zpracována paralelně. V původní verzi program fungoval tak, že během jednoho cyklu je provedena nejdřív funkce DAQ (Data Acquisition) a potom po ní funkce DSP (Digital Signal Processing). Technika „pipeline“ spočívá v tom, že se provede DAQ a zároveň DSP dvou po sobě jdoucích záznamů za použití posuvného registru. Během prvního cyklu se provede DAQ a data se uloží do registru. Během druhého cyklu se provede DSP s daty z prvního cyklu a zároveň DAQ s daty z druhého cyklu a data, která prošla DAQ se uloží do registru, aby mohla být zpracována pomocí DSP ve třetím cyklu atd. Názorně to vysvětluje schéma na obrázku 30.

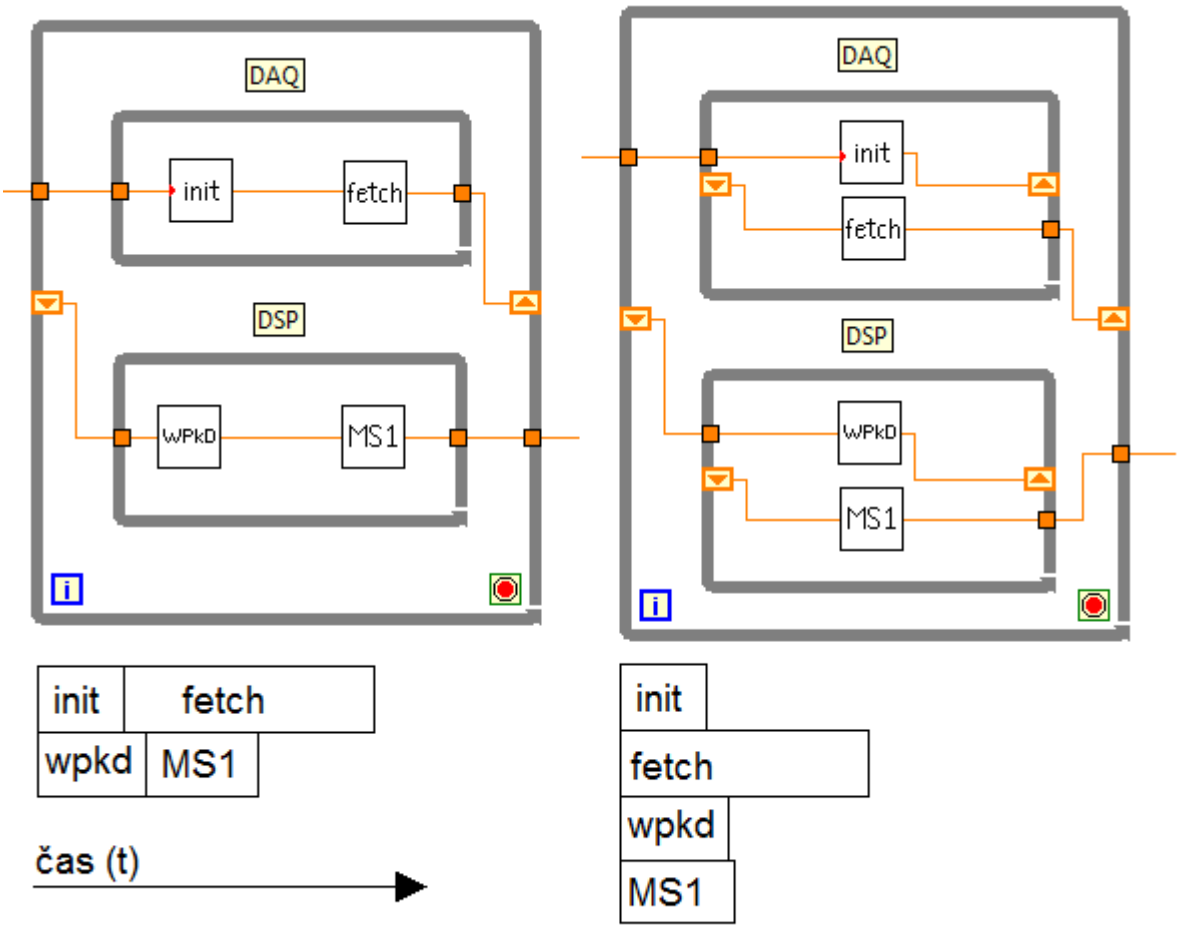
Dole v obrázku je předpokládaný čas potřebný k vykonání jednotlivých funkcí. Pokud jsou data zpracovávána paralelně, mělo by provedení trvat pouze dobu, po kterou trvá delší proces.



Obrázek 30 Schéma zpracování dat ve spektrometru. Původní uspořádání vlevo, nové vpravo. Dole předpokládaná doba povádění.

Po zavedení paralelního provádění DAQ a DSP se mrtvá doba zmenšila na 50 % celkového času měření (zlepšení o 17 %). Normovaná četnost pozadí se zvýšila na 6493 impulzů za hodinu (ve složeném spektru), což je o třetinu více jak před úpravou.

V rámci dalších úprav byly provedeny pokusy o další paralelizace zpracování. Funkce DAQ se ve skutečnosti skládá ze dvou funkcí – init (inicializuje rozhraní) a fetch (vyčte data a doručí do počítače). Tyto dvě funkce byly položeny vedle sebe. Stejně tak funkce DSP se skládá ze dvou funkcí – wpkd (Waveform Peak Detection – detekuje platné píky) a MS1 (vytváří z píků Mössbauerovo spektrum pro jednu periodu). Schématické znázornění programového kódu je vidět na obrázku 31.



Obrázek 31 | Schéma zpracování dat ve spektrometru. Původní uspořádání vlevo, nové vpravo. Dole předpokládaný čas provádění jednotlivých funkcí.

Po zavedení další paralelizace se mrtvá doba nezmenšila. Mrtvá doba zůstala na 50% z celkového času. V tabulce 2 je uvedena velikost mrtvé doby a další parametry, jako normovaná četnost pozadí, rezonanční efekt, produktivita měření atd. pro různě upravený programový kód. Měření číslo 1 bylo měřeno s neupravovaným kódem, měření č. 2

s paralelizovaným DAQ a DSP a měření č. 3 s paralelizovaným init, fetch, wpkd a MS1. Všechna tři měření byla měřena při 30 Hz a 10 MS/s.

Měření číslo	Mrtvá doba [%]	Nelinearita (průměrná) [%]	norm. četnost pozadí (složené)	šířka 3. čáry [mm/s]	Rezonanční Efekt [%]	Produktivita měření Q
1	67	0,04	4413	0,335	21,5	101,9
2	50	0,04	6493	0,329	21,0	143,1
3	50	0,04	6446	0,331	22,3	159,2

Tabulka 2 Tabulka mrtvé doby a dalších parametrů po paralelizaci procesů zpracovávajících data.

Pro zjištění proč se mrtvá doba nezmenšila, byly do programového kódu přidány měřiče času (měřící s přesností na mikrosekundy), po který se zpracovávají jednotlivé funkce. Bylo měřeno vždy cca 2000 period a potom se z nich spočítal průměrný čas provádění daných funkcí.

PCI

Frekvence[Hz]	5	10	20	30	40	50
Počet per.	2107	2007	2011	2153	2036	2038
init [ms]	13,152	9,212	4,247	2,894	1,951	1,382
fetch [ms]	380,329	187,298	94,162	62,746	47,332	38,075
DAQ [ms]	393,481	196,510	98,409	65,640	49,284	39,456
wpkd [ms]	21,873	12,820	4,998	3,130	1,839	1,199
MS1 [ms]	212,820	106,018	53,161	35,202	26,229	20,877
DSP [ms]	234,693	118,839	58,159	38,333	0,028,068	220,770
S/per.	2000000	1000000	500000	333333	250000	200000
per/min	150	300	600	900	1188	1485

USB

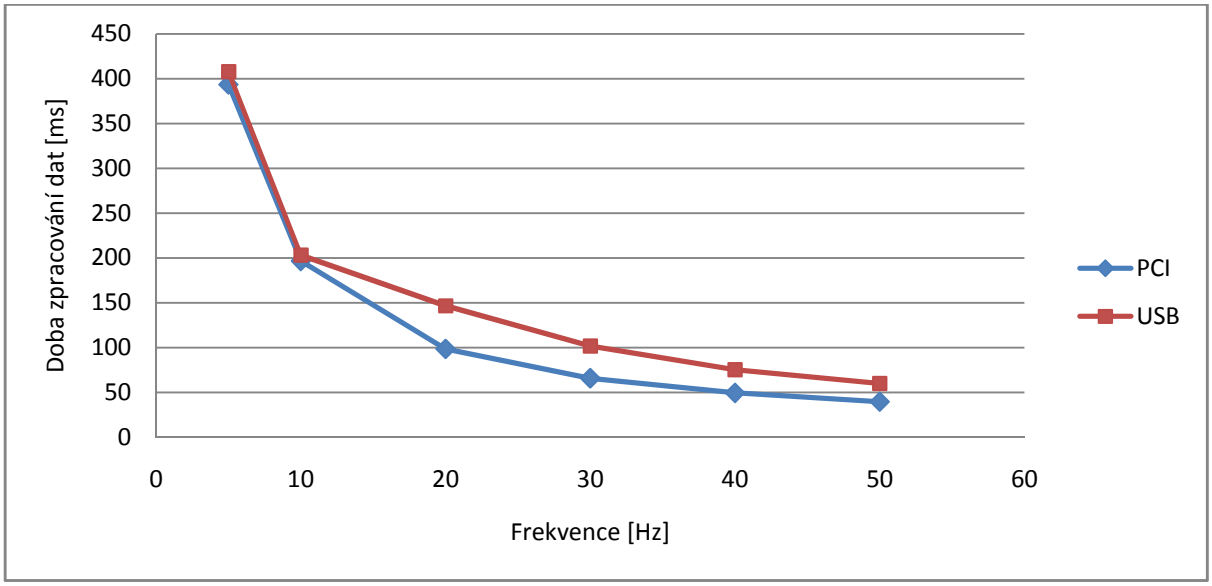
Frekvence [Hz]	5	10	20	30	40	50
počet per.	2043	2035	2240	2030	2019	2039
init [ms]	27,274	19,522	16,133	13,221	11,139	10,621
fetch [ms]	380,481	183,740	130,447	88,688	64,203	49,348
DAQ [ms]	407,755	203,262	146,580	101,909	75,342	59,969
wpkd [ms]	22,946	13,526	5,228	3,216	1,402	1,266
MS1 [ms]	238,458	119,347	59,041	39,271	28,956	23,272
DSP [ms]	261,404	132,873	64,269	42,487	30,358	24,539
S/per.	2000000	100,0000	500000	333333	250000	200000
per/min	145	287	403	575	777	979

Tabulka 3 Doba zpracování dat jednotlivými funkcemi pro rozhraní PCI a USB.

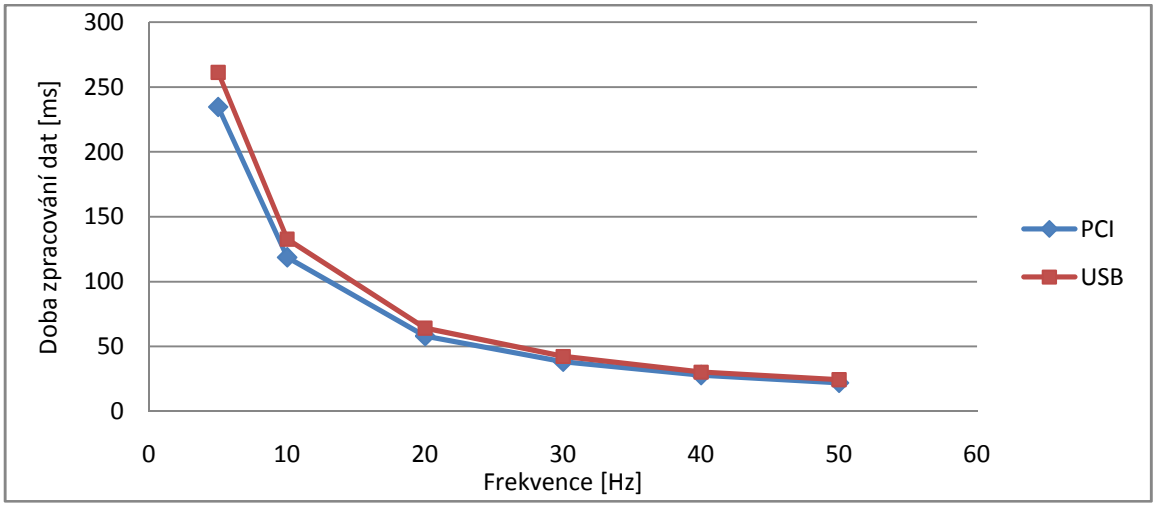
V tabulce 3 jsou naměřená data z měření času trvání jednotlivých funkcí zpracovávající data. V řádku frekvence je uvedena frekvence pohybu zářiče, níže počet vykonaných period, které ze kterých se vypočítávaly průměrné hodnoty. Dále jsou uvedeny časy provádění jednotlivých funkcí v milisekundách. S/per jsou počty vzorků za periodu a per/min je počet skutečně zpracovaných period za minutu.

Z tabulky je vidět, že funkce init trvá pro frekvenci 50 Hz u PCI karty cca 1 ms, což je mnohem méně než trvání funkce fetch, která trvá 38 ms. Stejně tak funkce wpkd trvá také mnohem kratší dobu než funkce MS1. Z toho lze usuzovat, že doba ušetřená jejich paralelizací je tak zanedbatelná, že se v celkovém čase neprojeví. Dále vytváření registru, zapisování a čtení z něj nepatrně může zvýšit dobu výpočtu, takže se dá předpokládat, že se ve výsledku žádný čas neušetří. Zajímavé je také srovnání rozhraní PCI a USB, přes které může být připojena karta digitálního osciloskopu, pomocí které se data z detektoru dostávají do počítače. Rozhraní PCI dosahuje rychlosti 133 MB/s až 532 MB/s (v závislosti na typu) a USB 2.0 rychlosti 60 MB/s. Při vzorkovací frekvenci 10 MS/s, 8 bitech na vzorek a 50 % mrtvé doby je přes rozhraní přenášeno maximálně 5 MB/s, na což stačí obě rozhraní. Rozdílná přenosová rychlost ale bude mít patrně nějaký vliv, protože přenos stejného množství dat bude trvat rozdílnou dobu.

Na obrázcích 32 a 33 je vidět závislost doby zpracování dat pomocí funkcí DAQ a DSP na frekvenci signálu rychlosti.

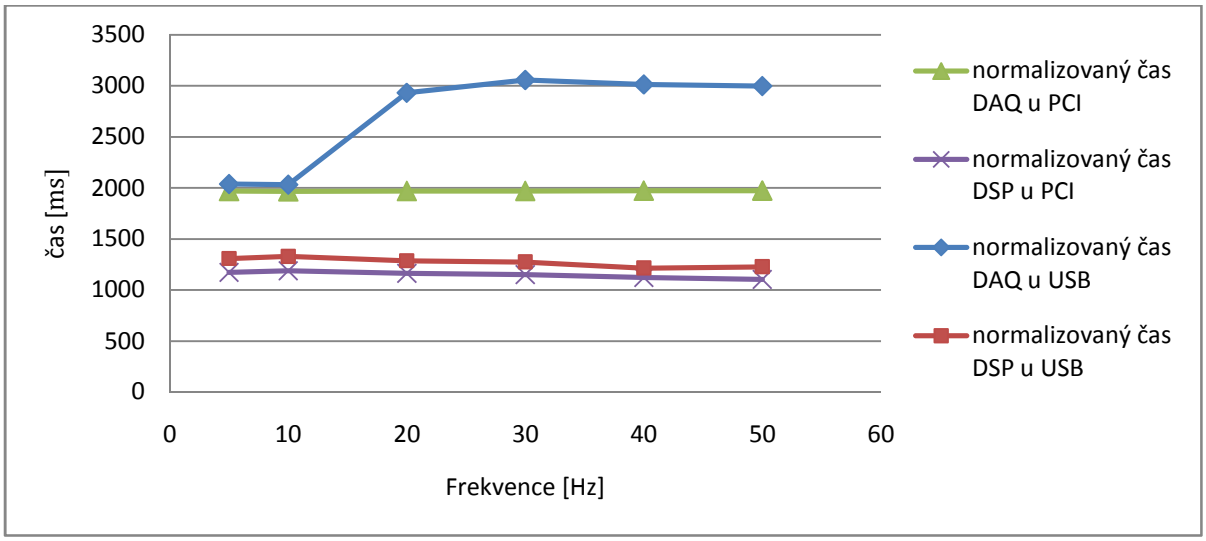


Obrázek 32 | Závislost doby zpracování dat funkcí DAQ v závislosti na frekvenci.



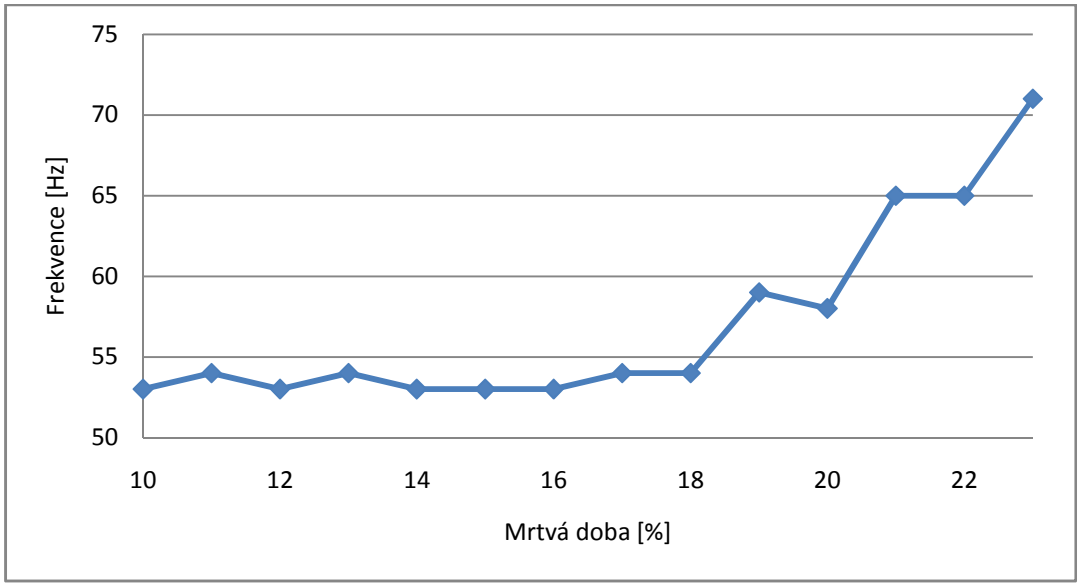
Obrázek 33 | Závislost doby zpracování dat funkcí DSP na frekvenci.

V grafu na obrázku 32 lze vidět, že DAQ je při využití sběrnice PCI rychlejší. Funkce DSP (graf na obrázku 33), která data zpracovává pouze v počítači, přináší při použití obou rozhraní zhruba stejné výsledky. Nepatrné zpomalení funkce DSP při přenosu přes USB je pravděpodobně způsobeno čekáním na data od funkce DAQ, popřípadě vyšším využitím výpočetního výkonu počítače. Vzhledem k tomu, že přes rozhraní je za jednotku času stále přenášeno stejné množství dat (vzorkovací frekvence je pořád 10 MS/s), byl vysloven předpoklad, že by po znormování na 1 Hz měly být časy zpracování konstantní. Z grafu na obrázku 34 vyplývá, že tomu tak je. Jedinou výjimkou je funkce DAQ při použití rozhraní USB. U nízkých frekvencí je mnohem rychlejší a u vyšších pomalejší. Původ tohoto zpomalení je pravděpodobně způsoben fungováním rozhraní USB a jeho přenosovými vlastnostmi



Obrázek 34 | Závislost normované doby zpracování dat funkcemi DSP a DAQ na frekvenci.

Byla tedy provedena další studie, která detailněji prošetřila chování mrtvé doby při použití rozhraní USB a frekvencí od 10 Hz do 23 Hz, mezi kterými dochází k nárůstu mrtvé doby.



Obrázek 35 | Závislost normované doby zpracování dat funkcemi DSP a DAQ na frekvenci.

V grafu na obrázku 35 je patrné, že při vyčítání dat s frekvencí 18 Hz a nižší je mrtvá doba cca 50 %. Ke zlomu dochází mezi 19 - 23 Hz, kde mrtvá doba vzroste na cca 70 %, a na této hodnotě se drží i při běžně používaných frekvencích 30 – 35 Hz. Tento skok je pravděpodobně způsoben principem fungování rozhraní USB, kde se mohou posílat různě velké pakety, které ale obsahují adresu a další kontrolní bity, tudíž přenos většího množství menších paketů není tak efektivní, jako přenos menšího množství velkých paketů.

3.3.3 Pokročilé funkce vyčítání dat z karty

V dalším kroku byly detailněji nastavovány přímo parametry ovladače karty digitálního osciloskopu NI SCOPE, která se využívá pro digitalizaci signálu z detektoru. Ovladače nabízí funkce *Advanced fetching options*, které poskytují rozšířené nastavení toho, jak se má signál předávat z digitálního osciloskopu do počítače. Níže uvedené postupy byly aplikovány pro verzi PCI, ve verzi USB nejsou podporovány.

Program byl upraven tak, že měřená data se neustále ukládají do paměti na měřící kartě. Ve chvíli, kdy je zavolána funkce *fetch* s pokročilým nastavením, měřící karta vrátí data uložené v paměti, která byla naměřena v periodě odpovídající danému triggeru. Paměť na kartě je postupně přepisována a část dat je tedy ztracena právě kvůli mrtvé době. Tento způsob tedy kombinuje jak optimalizaci programového kódu, tak i vyčítání správného počtu

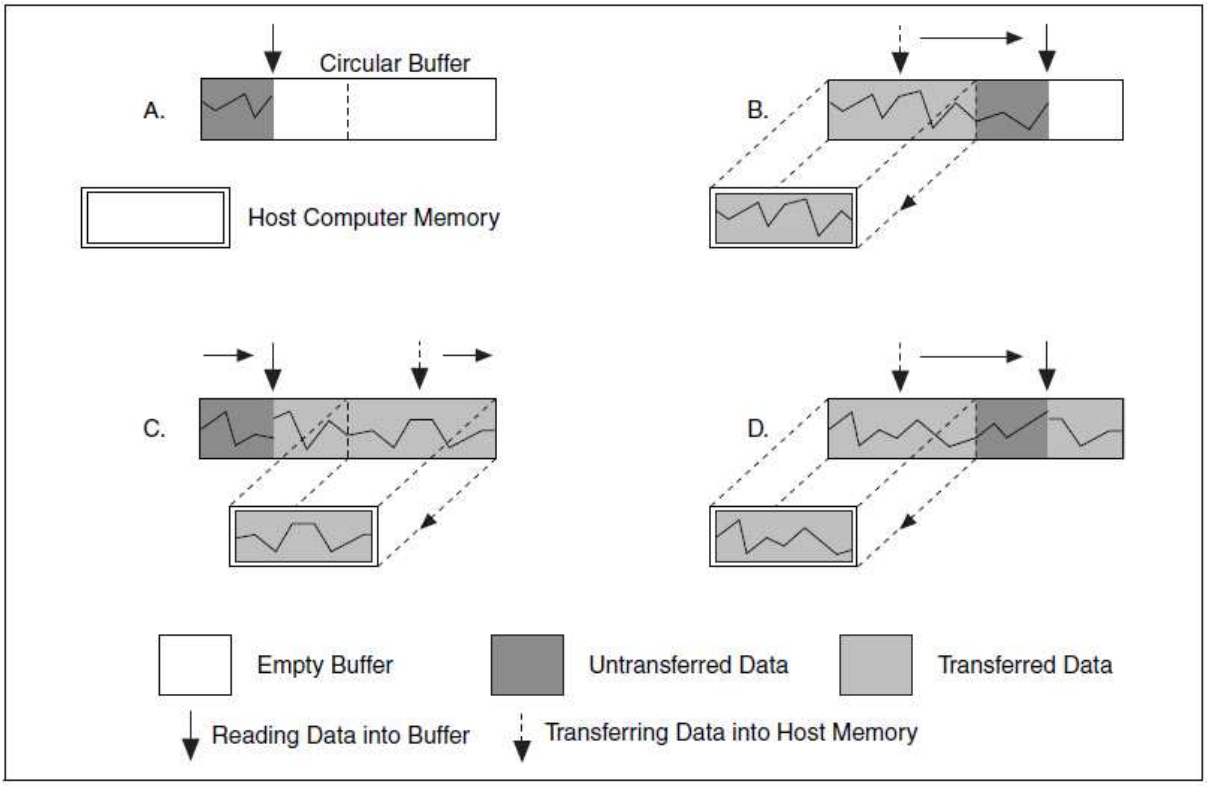
period tak, aby doba čekání byla minimální (viz kapitola 2.1.2), která je jinak nepoužitelná kvůli nestálosti výkonu osobních počítačů s OS Windows (viz dále) – touto technikou se periody vyčítají „za letu“ a je vždy zpracováno maximum možných period.

Advanced fetching options nabízí několik různých nastavení. Pro funkci spektrometru byly nastaveny následující parametry. Nastavení *Fetch Relative To* specifikuje k jakému triggeru se data vztahují. Je podporováno nastavení *pretrigger* a *trigger*. *Pretrigger* jsou data, která byla naměřena před triggerem – synchronizačním signálem, který určuje periodu, *trigger* data naměřená po triggeru. [6]

K obdržení více záznamů byla použita funkce *Configure Horizontal Timing* nastavující počet záznamů. Nastavením parametru *Number of Records* na počet záznamů, které mají být vyčteny, obdrží NI-SCOPE dodatečný záznam pokaždé, když je obdržen trigger signál, pokud nejsou získány všechny záznamy uložené v paměti. Parametr *Fetch Record Number* je číslo určující pořadí prvního volaného záznamu a parametr *Fetch Number of Records* určuje, kolik záznamů se má vyčíst. *Fetch Number of Records* byl nastaven na -1, což znamená, že se zavolají všechny záznamy (začínající záznamem s číslem nastaveným parametrem *Fetch Record Number*). Je také možné volat každý záznam individuálně, nastavením parametru *Fetch Number of Records* na hodnotu 1. Potom je potřeba smyčka, která bude postupně inkrementovat hodnotu *Fetch Record Number* a postupně volat všechny záznamy. Parametr *Fetch Relative To* dále podporuje nastavení *Read Pointer*, *Now* a *Start*, kromě standartních nastavení *pretrigger* a *trigger*. Tato nastavení umožňují volat data kontinuálně. Dále se musí nastavit parametr *Enable Records* > *Memory*, který povoluje přepisovat v paměti karty data, která ještě nebyla poslána do počítače [6].

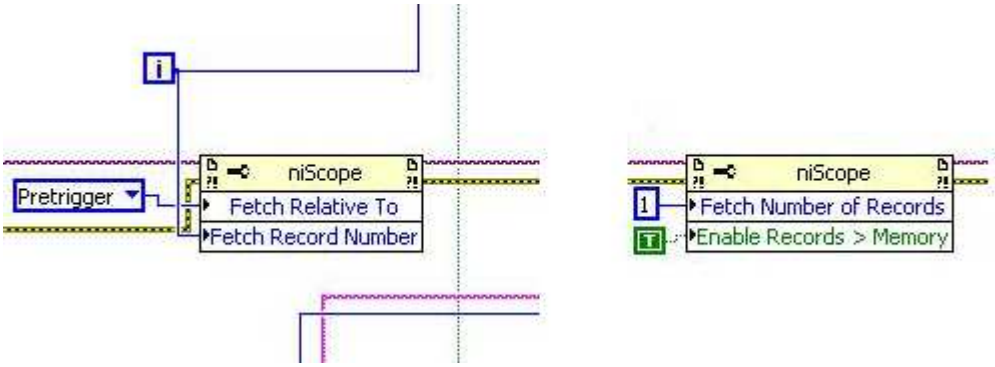
Tím se sice nějaká data ztratí, ale ke ztrátě dat docházelo i dříve (viz kapitola 2), a ve větší míře.

Na obrázku 36 je znázorněno přepisování dat v paměti při kontinuálním získávání dat.



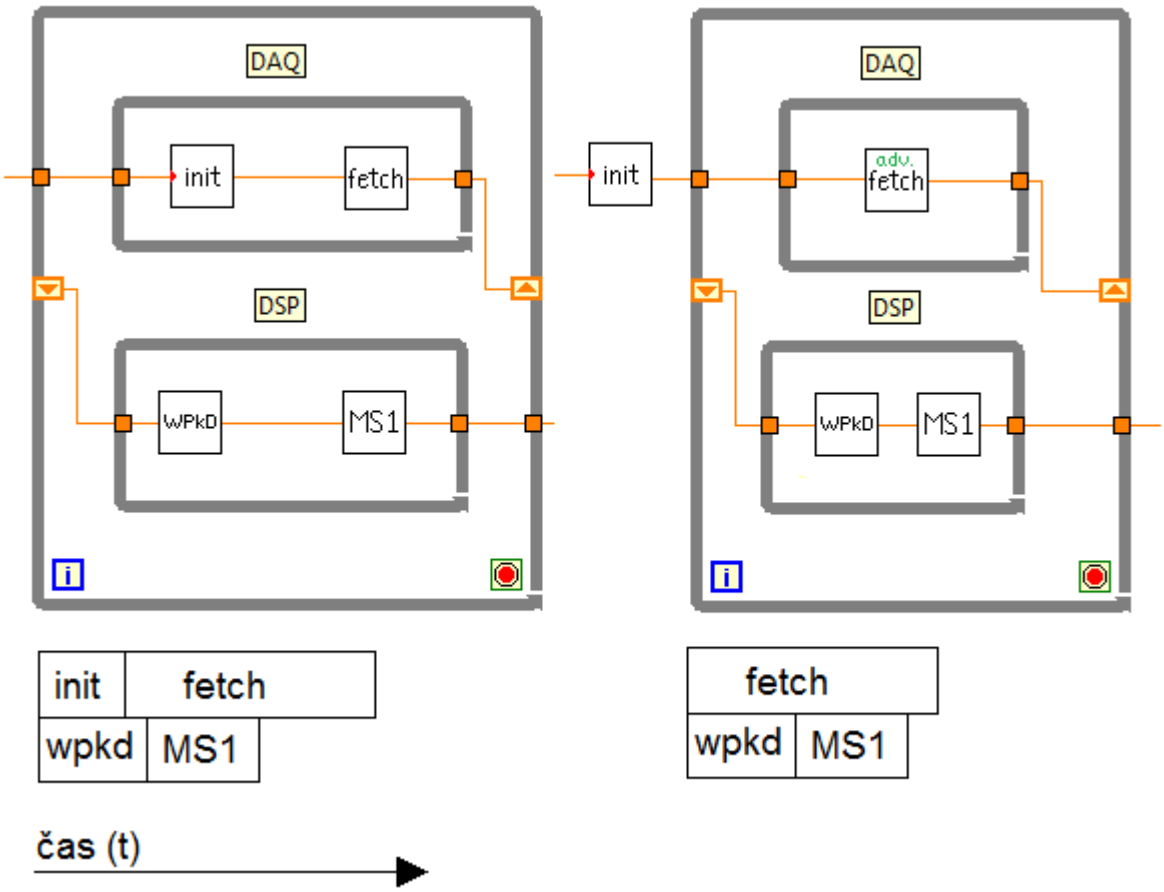
Obrázek 36 | Přepisování dat v paměti měřící karty při kontinuálním DAQ. [6]

Na obrázku 37 je zbrazeno konkrétnínastavení *Advanced fetching options* použité v programu, tak jak bylo popsáno výše.



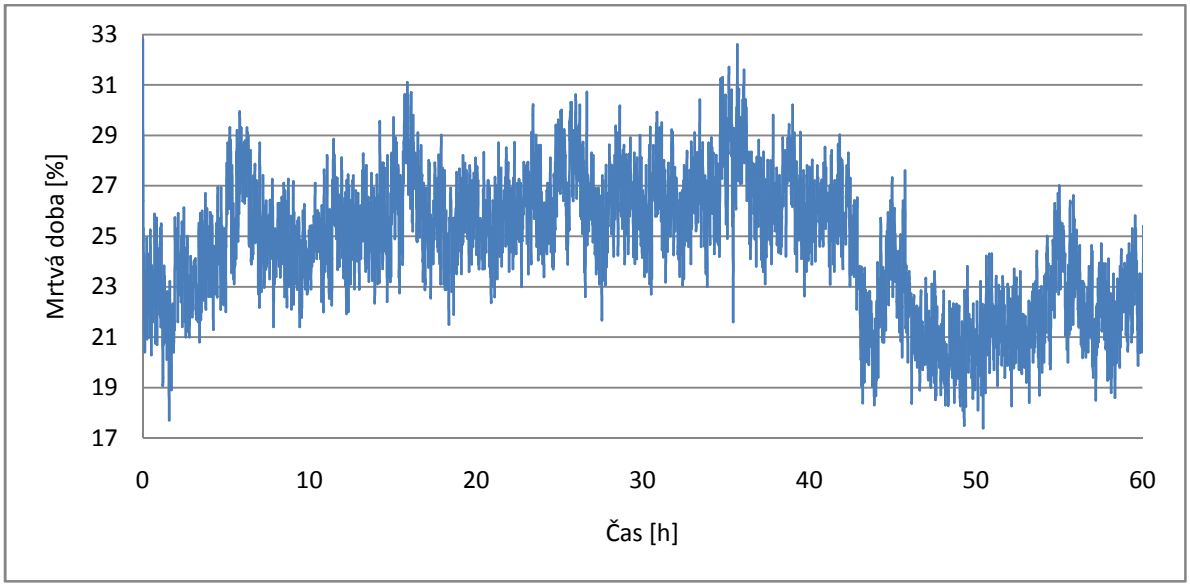
Obrázek 37 | Nastavení pokročilých parametrů ovladače karty NI-SCOPE v blokovém diagramu programu obsluhující spektrometr.

Na obrázku 38 je znázorněno schéma spektrometru. Funkce *init* (inicializace) se již neprovádí každou periodu, ale pouze při spuštění. Funkce *fetch* vyčítá kontinuálně data z měřicí karty NI-SCOPE.



Obrázek 38 Schéma zpracování dat ve spektrometru po využití *advanced fetching options*. Původní uspořádání vlevo, nové vpravo. Dole předpokládaný čas provádění jednotlivých funkcí.

Z pozorování vyplynulo, že se mrtvá doba nahodile mění (v relativně malém intervalu). Hlavním důvodem je to, že spektrometr běží na OS Windows, které přiřazují programu spektrometru výpočetní čas, zatímco někdy si samy Windows provádějí své úlohy, nebo se občas zapne antivir atd. Proto bylo do programu spektrometru přidáno logování mrtvé doby do souboru. Mrtvá doba se zapisovala každou minutu. Záznam z logování mrtvé doby testovacího měření je zobrazen v grafu na obrázku 39.



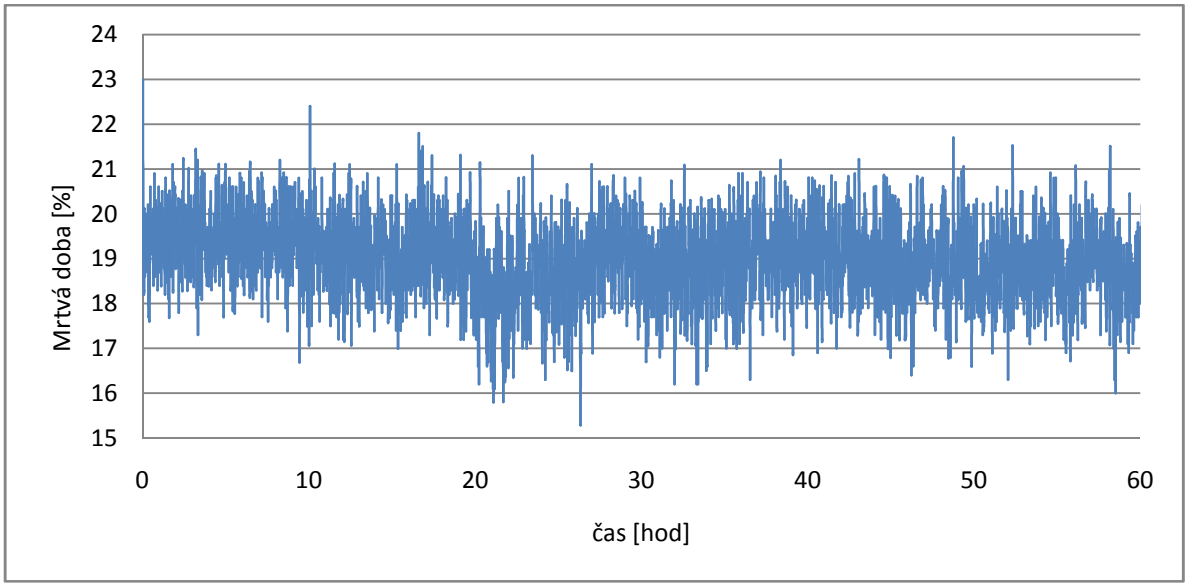
Obrázek 39 | Časový záznam mrtvé doby po využití Advanced Fetching Options.

V tabulce 4 jsou zobrazeny mrtvé doby a další parametry pro různá měření. Měření 1 bylo měřeno v původní konfiguraci, měření 2 a 3 jsou s paralelním zpracováním dat (viz předchozí kapitola). Měření 4 a 5 využívají navíc *Advandced Fetching Options*.

Měření číslo	Mrtvá doba [%]	norm. četnost pozadí (složené spektrum) [imp/h]	Rezonanční Efekt [%]	Produktivita měření Q
1	67	4413	21,5	101,9
2	50	6493	21,0	143,1
3	50	6446	22,3	159,2
4	24	12080	23,2	269,0
5	19	14742	21,1	291,2

Tabulka 4 | Tabulka mrtvé doby MS a dalších parametrů pro různé nastavení spektrometru.

Při měření 5 byl měřící program zkompilován do exe tvaru a tudíž nebylo potřeba spouštět LabVIEW. Dále byl vypnut antivirus, Windows Update, Windows Defender a další služby a počítač byl odpojen od sítě. Časový záznam mrtvé doby z měření 5 z tabulky 3.4 je zobrazen v grafu na obrázku 40.



Obrázek 40 Časový záznam mrtvé doby po využití Advanced Fetching Options, zkompilování programu do exe tvaru a povypínání zbytečných služeb OS Windows.

Závěr

Cílem této práce byla analýza a minimalizace mrtvé doby Mössbauerových spektrometrů vytvořených technikou virtuální instrumentace. Byla provedena analýza mrtvé doby a zjištěny příčiny jejího vzniku. Potom byly prováděny pokusy o její minimalizaci. V původní konfiguraci činila mrtvá doba 66,7 % z celkového času měření. Pomocí popsaných technik byla mrtvá doba zmenšena až na 19,6 % z celkového času měření spektra. Další zmenšení mrtvé doby by se dalo pravděpodobně dosáhnout použitím výkonnějšího počítače, či využitím operačního systému reálného času, například NI LabVIEW Real-Time OS.

Z dosažených výsledků dále vyplývá velký rozdíl výkonnosti celého systému při použití měřicích zařízení na platformě PCI nebo USB. Ve verzi PCI lze navíc použít pokročilé funkce nastavení karty pomocí přístrojových ovladačů. Ve verzi USB lze ale mírně ovlivnit mrtvou dobu podle použité řídící frekvence.

Seznam použitých pramenů

[1] M. Mašláň: Mössbauerova spektroskopie, Vydavatelství UP v Olomouci, Olomouc, 1992

[2] J. Pechoušek: Mössbauerův spektrometr jako virtuální měřicí přístroj v modulárním systému PXI. Dizertační práce, PřF UP v Olomouci, 2006

[3] J. Pechoušek, M. Vůjtek: Aplikace virtuální instrumentace v experimentech jaderné Fyziky. PřF UP v Olomouci 2011, dostupné online na: http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/vijf.pdf

[4] J. Pechousek, R. Prochazka, D. Jancik, M. Mashlan: Fully LabVIEW-Powered Mössbauer Spectrometer, International Journal of Online Engineering, 2009, dostupné online na: http://www.online-journals.org/index.php/i-joe/article/view/944/1036

[5] J. Pechousek, R. Prochazka, D. Jancik, M. Mashlan: Universal LabVIEW-powered Mössbauer Spectrometer based on USB, PCI or PXI devices, Journal of Physics, 2010, dostupné online na: http://iopscience.iop.org/1742-6596/217/1/012006/pdf/1742-6596_217_1_012006.pdf

[6] National Instruments, NI-SCOPE Software user manual, National Instruments, 2001