

УДК 539.184.28; 621.375.4

Д. т. н. Л. Ф. ПОЛИТАНСКИЙ, к. т. н. А. П. САМИЛА, В. А. ХАНДОЖКО

Украина, Черновицкий национальный университет имени Юрия Федьковича

E-mail: asound@ukr.net

ПОДАВЛЕНИЕ СИНХРОННОЙ ПОМЕХИ В ЯКР С МОДУЛЯЦИЕЙ ЗЕЕМАНА

Рассмотрены принципы частотной модуляции и модуляции Зеемана в ядерном квадрупольном резонансе и показаны преимущества последней. Предложен метод устранения синхронной помехи, вызываемой переключением магнитного поля. Приведены результаты наблюдения резонансной линии ^{14}N с достоверной формой в образце гексаметилентетрамина массой 2 г.

Ключевые слова: ЯКР, модуляция Зеемана, синхронная помеха, гексаметилентетрамин.

При непрерывном методе наблюдения спектров ядерного квадрупольного резонанса (ЯКР) обычно используется модуляционная техника. В этом случае в структуру спектрометра чаще всего входят регенеративный спин-детектор (автодин), синхронный интегратор и синхронный детектор (рис. 1). Так как уровень резонансных сигналов обычно мал и спин-детектор вносит существенный шум, здесь применяется синхронное детектирование.

Для сканирования частоты в области резонанса может применяться как частотная модуляция, так и модуляция Зеемана. При этом наблюдается модуляция высокочастотного (ВЧ) напряжения на колебательном контуре автодина сигналом резонанса. Рассмотрим оба эти вида модуляции.

Частотная модуляция ВЧ-напряжения на колебательном контуре регенераторного спин-детектора обычно обеспечивается посредством варикапов. Однако ввиду нелинейности их вольт-

фарадной характеристики, а также частотной зависимости добротности колебательного контура и параметров цепи обратной связи в спектрометре имеют место низкочастотные шумы и дрейф базовой линии. Применение модуляции Зеемана, т. е. переменного магнитного поля, позволяет свести к минимуму влияние этих эффектов в случае исследования кристаллических веществ с малым значением параметра асимметрии градиента электрического поля. В этом случае отсутствует паразитная модуляция ВЧ-напряжения, обусловленная нелинейностью элементов спин-детектора. В [1] показано, что наиболее подходящей формой изменения магнитного поля в случае ЯКР является биполярная прямоугольная волна (рис. 2). При такой форме модулирующего поля отсутствуют наводки на частоте модуляции f_m , поскольку полный период таких колебаний составляет $2f_m$ (длительность T) и из-за асимметрии они не имеют четных гармоник.



Рис. 1. Структурная схема спектрометра ЯКР с функцией частотного сканирования спектров

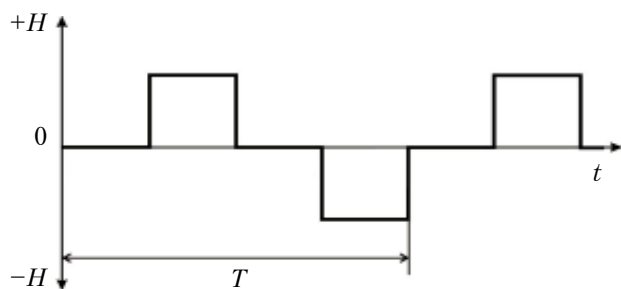


Рис. 2. Форма импульсов магнитного поля в виде биполярной прямоугольной волны при модуляции Зеемана ЯКР

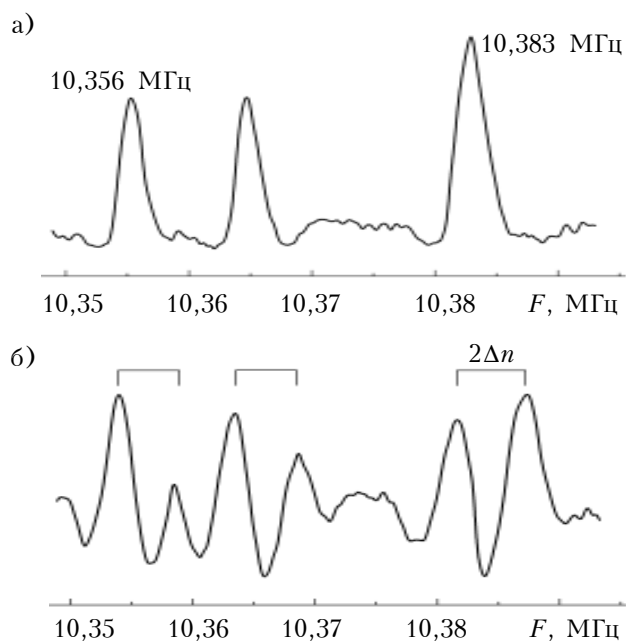


Рис. 3. Нормированные по интенсивности линии ЯКР при отсутствии магнитного поля (а) и при его наложении (б) в полупроводниковом соединении InSe

Для воспроизведения четкой формы линий необходимо обеспечение нулевого значения остаточного модулирующего поля во избежание уширения линий. Положительные и отрицательные импульсы $+H$ и $-H$ должны быть равными по длительности и амплитуде и иметь крутые фронты. Принцип модуляции состоит в смещении резонансной линии ЯКР под действием маг-

нитного поля. Благодаря расщеплению Зеемана квадрупольных уровней частотный сдвиг линии симметричен относительно ЯКР в нулевом магнитном поле и составляет

$$\pm \Delta\nu = \frac{\gamma}{2\pi} \Delta H,$$

где $\Delta\nu$ — частотное смещение;

γ — гиромагнитное отношение для резонирующего ядра;

ΔH — амплитуда импульса магнитного поля.

Пример расщепления резонансных линий ЯКР ^{115}In в InSe приведен на рис. 3 для перехода $\pm 1/2 \leftrightarrow \pm 3/2$ в случае наложения слабого магнитного поля (5 Гс) в направлении $H_0 \parallel c$, где c — главная оптическая ось кристалла. Для каждой линии расщепление за счет эффекта Зеемана приблизительно одинаковое и составляет $2\Delta\nu$. Имеется в виду, что параметр асимметрии $\eta=0$.

При прямоугольной форме модулирующего магнитного поля существует неизбежная импульсная наводка на катушку с образцом при переключении магнитного поля от нулевого значения до максимальной амплитуды. Ее не удается полностью устранить, поворачивая модулирующие катушки Гельмгольца вокруг оси приемной катушки, т. к. источником помех могут быть также радиоэлементы самого спин-детектора. Влияние паразитной помехи особенно ощутимо при малых уровнях сигнала. В этом случае наблюдается быстрое насыщение синхронного интегратора более сильным сигналом синхронной импульсной помехи, после чего, как правило, наступает перегрузка синхронного детектора. Избежать этого можно с помощью кратковременного подавления информационного сигнала в момент переключения магнитного поля.

В настоящей работе предложен метод устранения синхронной помехи, вызываемой переключением магнитного поля.

Для устранения импульсной синхронной помехи в структурную схему спектрометра ЯКР введен блок гашения синхронной помехи, включенный между выходом автодинного спин-детектора и входом синхронного интегратора (рис. 4).

Схема предложенного блока функционально представляет собой ключ, управляемый опор-

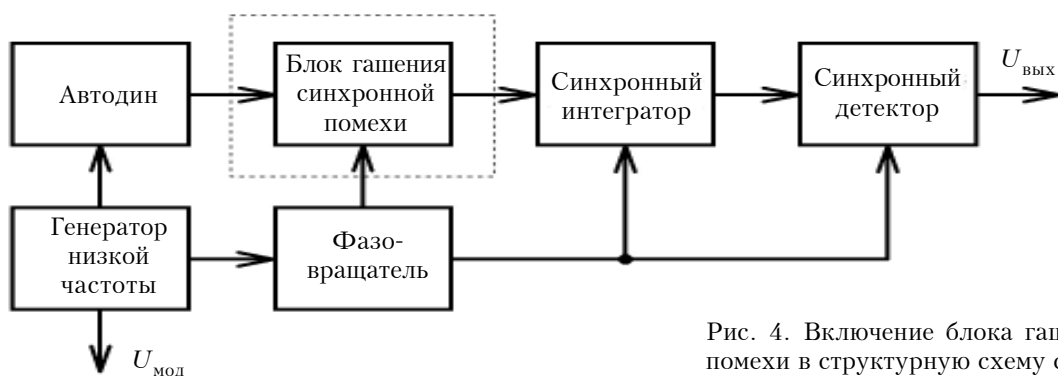


Рис. 4. Включение блока гашения синхронной помехи в структурную схему спектрометра ЯКР

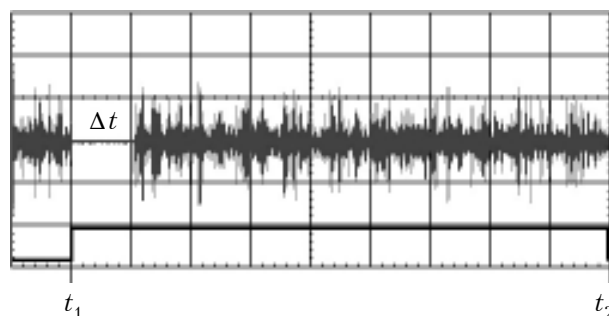


Рис. 5. Осциллограмма в момент обнуления информационного сигнала синхронной помехи, наведенной магнитным полем модуляции, и фрагмент опорного напряжения (внизу)

ным напряжением модуляции $U_{\text{мод}}$, поступающим из фазовращателя, который заземляет канал сигнала во время прохождения импульсной помехи. На рис. 5 приведена осциллограмма сигнала $U_{\text{вых}}$ на выходе схемы гашения в момент обнуления синхронной помехи. Обнуление информационного сигнала должно происходить в моменты включения и выключения магнитного поля (см. рис. 2). С этой целью формируются импульсы из опорного напряжения, которое также управляет синхронным интегратором и синхронным детектором. Экспериментально установлено, что длительность этих импульсов, соответствующая длительности обнуления информационного сигнала Δt , должна регулироваться в пределах 5–300 мкс.

Рассмотрим принцип работы изображенной на рис. 6 электрической схемы предложенного блока для устранения синхронной помехи. Прямоугольные импульсы с частотой $2f_m$ подаются на Вход 1 схемы гашения и далее проходят через узел на микросхеме DD1.1, который формирует

ет короткие однополярные импульсы по положительным и отрицательным фронтам сигнала синхронизации, запускающие одновибратор на микросхеме DD2.1 (74HC74).

Длительность формируемого импульса, который определяет время гашения сигнала Δt , устанавливается параметрами цепи R7 (50 кОм), R6 (100 Ом) и C5 (10 нФ).

Сформированный одновибратором импульс подается на микросхему DD3 (74HC4053) [2], которая представляет собой двунаправленный ключ, замыкающий сигнал на землю во время прохождения импульсной помехи. Каскады на операционных усилителях DA1 и DA2 выполняют роль входного и выходного повторителей. Частичное сужение полосы на выходе ключевой схемы осуществляется цепочкой R10 (10 кОм), C12 (1 нФ), обеспечивающей ограничение спектра сигнала со стороны высших частот. На осциллограмме (рис. 7) показано формирование сигнала гашения. Схема питается от двухполярного источника напряжением ± 12 В.

Для проверки спектрометра с описанной схемой компенсации синхронной помехи исследовался уротропин (гексаметилентетрамин $C_6H_{12}N_4$). Данное вещество часто применяется для определения чувствительности спектрометров ЯКР как импульсного, так и стационарного типов [3, 4]. В соединениях с участием азота энергия квадрупольных переходов мала при низкой резонансной частоте ЯКР ($\approx 3,3$ МГц) изотопов ^{14}N . Поэтому уже само наблюдение резонанса со слабой интенсивностью от ядер азота может свидетельствовать о достаточной чувствительности спектрометра.

Измерения проведены на радиоспектрометре ЯКР с использованием спин-детектора автодинамического типа, выполненного по симметричной схе-

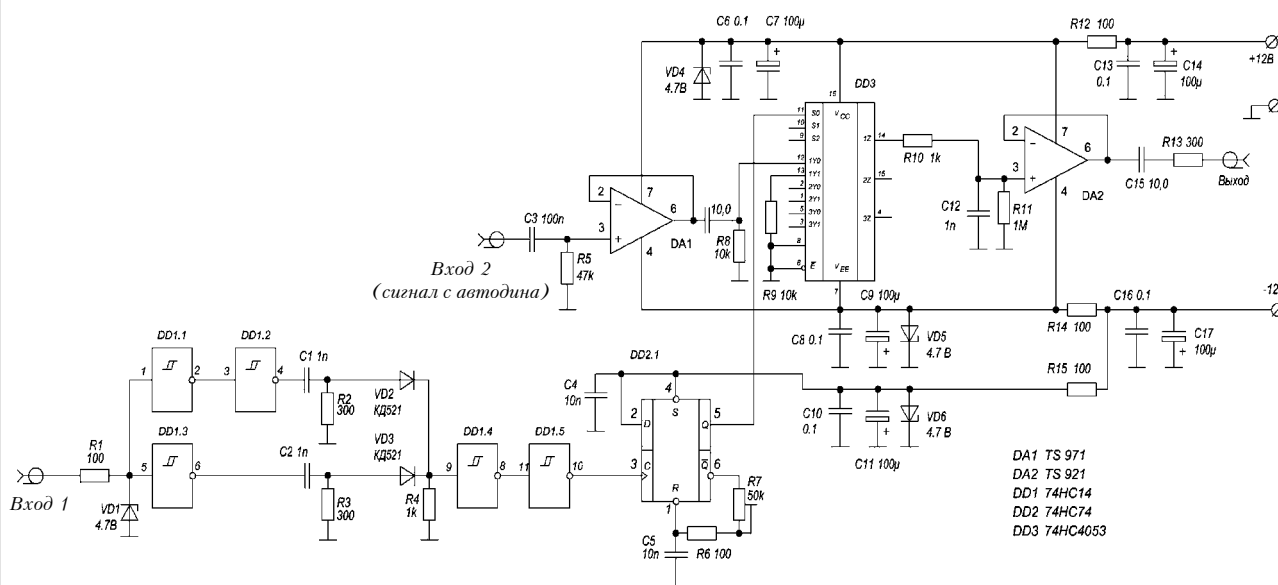


Рис. 6. Принципиальная схема блока для устранения импульсной синхронной помехи в низкочастотном радиоканале спектрометра

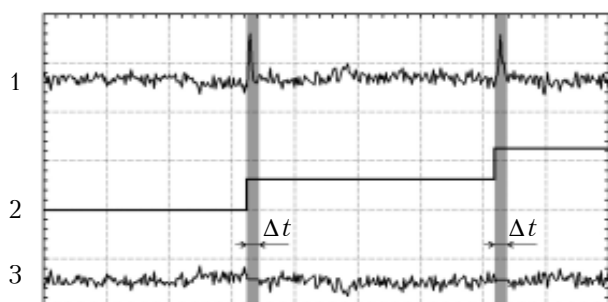


Рис. 7. Формирование сигнала гашения (в условном масштабе времени):

1 — текущий сигнал с паразитными выбросами; 2 — соответствующие перепады магнитного поля на катушке с образцом; 3 — выходной сигнал с площадками обнуления после гашения (Δt)

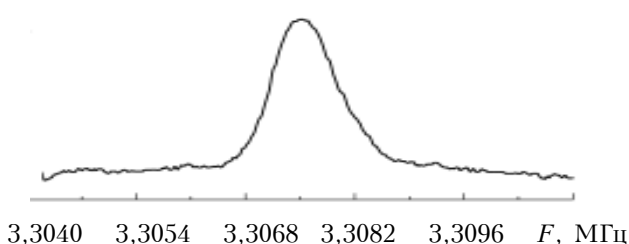


Рис. 8. Нормированная по интенсивности спектральная линия ЯКР ^{14}N в уротропине, полученная непрерывным сканированием частоты спин-детектора

ме [5]. При наблюдении резонанса применялась модуляция Зеемана, а для регистрации спектра использовались синхронный интегратор и затем фазовый детектор. При записи резонансной линии ^{14}N при непрерывном частотном сканировании получено качество спектра, сопоставимое с откликом на импульсное возбуждение [6]. На рис. 8 приведена спектральная линия ЯКР ^{14}N в $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$, записываемая в течение 10 мин. В качестве образца использовалась таблетка из прессованного порошка уротропина массой 2 г. При этом, амплитуда импульсного магнитного поля составила 5 Гс, а частота модуляции — 122 Гц, эффективная полоса пропускания усилительно-го тракта «синхронный интегратор — фазовый детектор» составила около 1 Гц.

Исследования сигнальных характеристик усилительного тракта показали, что устранение синхронной помехи предложенным методом привело к резкому ослаблению паразитной модуляции и расширению динамического диапазона тракта с 60 до 90 дБ.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Mao D., Petersen G. L., Bray P. J. A bi-symmetric square wave Zeeman modulator for nuclear quadrupole resonance // Solid State Nucl. Magn. Reson. — 1992. — Vol. 1, Iss. 4. — P. 227 — 230.

2. http://www.nxp.com/documents/data_sheet/74HC_HCT4053.pdf

3. Jongmin Lee and Sung Ho Choh. Robinson-type nuclear quadrupole resonance spectrometer adapted to field-effect transistors // Review of Scientific Instruments. — 1982. — Vol. 53, Iss. 2. — P. 232 — 236.

4. Браиловский В. В. Импульсный спектрометр ядерного квадрупольного резонанса // Приборы и техника эксперимента. — 2010. — № 2. — С. 138 — 141. [Brailovskii V. V. // Pribory i tekhnika eksperimenta. 2010. N 2. P. 138]

5. Самила А.П., Хандожко В.А. Шумовые характеристики автодинного спин-детектора // Матер. міжнар. наук.-техн. конфер. «Современные проблемы радиотехники и телекоммуникаций РТ-2011». — Украина, г. Севастополь. — 2011. — С. 378. [Samila A.P., Khandozhko V.A. Shumovye kharakteristiki avtoddinnogo spin-detektora // Mater. mizhnar. nauk.-tekhn. konfer. «Sovremennye problemy radiotekhniki i telekommunikatsii RT-2011». Ukraine, Sevastopol. 2011. P. 378]

6. Harding J.C., Wade D.A., Marino R.A. et al. A pulsed NQR-FFT spectrometer for nitrogen-14 // Journal of Magnetic Resonance. — 1979. — Vol. 36, Iss. 1. — P. 21 — 33.

Дата поступления рукописи
в редакцию 12.01 2012 г.

Politans'kii L. F., Samila A. P., Khandozhko V. A.
The suppression of synchronous interference NQR with Zeeman modulation.

Keywords: NQR, Zeeman modulation, synchronous interference, hexamethylenetetramine.

The principles of frequency and Zeeman modulation in nuclear quadrupole resonance were considered, and the advantages of the latter were shown. The authors propose a method to eliminate the synchronous noise caused by switching of the magnetic field. Results of observations of the resonance line with ^{14}N in the hexamethylenetetramine sample weighing 2 g were given.

Ukraine, Yuriy Fedkovich Chernivtsi National University

Політанський Л. Ф., Саміла А. П., Хандожко В. О.
Заглушення синхронної завади в ЯКР з модуляцією Зеемана.

Ключові слова: ЯКР, модуляція Зеемана, синхронна перешкода, гексаметилентетрамін.

Розглянуто принципи частотної модуляції та модуляції Зеемана в ядерному квадрупольному резонансі та показано переваги останньої. Запропоновано метод усунення синхронної завади, спричиненої перемиканням магнітного поля. Наведено результат спостереження резонансної лінії ^{14}N з достовірною формою у зразку гексаметилентетраміну масою 2 г.

Україна, м. Чернівці, ЧНУ ім. Юрія Федьковича