# 20.540.405 ООЛ ЭРУЛРРЭЛРББРР ЦАЦАБОТРОБР SEADAUAPP ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУКАРМЯНСКОЯ ССР

Зрариш-ашрыяши, арттральйы» XVIII, № 2, 1965 Физико-математические наука

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

### А. П. ПИКАЛОВ

# СПЕКТРОМЕТР ЯДЕРНОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА (ЯМР)

Преимущества и недостатки спектрометров ЯМР, использующих автодин, обсуждались в работах [1—3]. Для устранения недостатков (уход частоты) были предложены различные методы стабилизации [3—7]. В настоящей статье описывается схема слектрометра на две рабочие частоты  $f_H$  — для исследования спектров протонов и  $f_F$  — для исследования спектров фтора в постоянном магнитном поле  $H_0$ . Этя две частоты стабилизированы с помощью одного кварцевого резоватора. В статье также описывается предложенная нами схема полуавтомагической перестройки частоты спектрометра и схема канала

регистрации сигналов ЯМР. Блок - схема спектрометра приведена на фиг. 1. Источником поляризующего поля является постоянный магнит (1) ПМ - 5000 [8], с напряженностью магнитного поля в зазоре ≈ 28 мм ≈ 5330 эрстед. В зазоре магнита расположен термостатированный датчик, позволяющий производить измерения в широком интерваде температур (-150°C+ +200°С) [9]. На дагчик укреплены катушки местной модуляции (3), включенные параллельно. Каждая катушка содержит 250 витков провода ПЛШО - 0,1 с диаметром намотки 100 мм. Модуляция осуществляется от генератора (21) синусондальным напряжением f<sub>M</sub> ~ ≈77 24.

В нашем спектрометре применена схема задающего RC – ге-

нератора с петлевой обратной связью в виде двойного *T* — моста. В схеме используется та особенность цепи, что при отклонении моста от баляцса, он становится неминимально фазовой цепью, и на частоте минимума коэффициента передачи происходит опрокидывание фази.



#### Спектрометр ядерного магнитного резонанса

пряводящее к тому, что обратная связь оказывается положительной. Опорное напряжение на фазовый детектор (9) подается через фазоврашающий каскад (24). Регулировка фазы осуществляется с поющью *RC*-моста [10]. Выходной каскад нагружен на трансформатор *T<sub>p</sub>*, фиг. 4. Молуляция поля пилообразным током осуществляется посредством катушек (2), расположенных на полюсах магнита. Кажзая катушка содержит 3800 витков провода ПЭЛ — 0,6. Катушки включены последовательно. Общее сопротивление постоянному току ≈880 *ом*. Линейная развертка осуществляется от генератора (22) [11]. Глубина развертки регулируется в пределах (10<sup>-2</sup> + 10<sup>2</sup>) эрстед. Длительность развертки может быть выбрана в диапазоне (1 + 3.10<sup>3</sup>) *ск*. Аналогичная пара катушек служит для смещения спектра и пивется от стабилизированного выпрямителя (25).

Высокочастотная катушка образца (4) является частью индуктивности контура автодина (5). Принципиальная схема автодина представлена на фиг. 2. Амплитуда высокочастотного напряжения (ВЧ)



Фиг. 2. Принципиальная схема автодина.

стабилизируется посредством автоматической регулировки анодного напряжения автодина. В петлю обратной связи амплитудной стабилизации входит: усилитель ВЧ (6), амплитудный детектор (19) и усилитель постоянного тока (УПТ) (20). С детектора (19) через интегрирующую цепь, имеющую постоянные времени 6 сек и 10 мсек, сигнал подается на однокаскадный уПТ. Постоянная времени выбирается в зависимости от наблюдаемого сигнала

(логлощение либо дисперсия). УПТ (лампа\*6НІ4П) имеет коэффициент усиления ≈ 40. Система стабилизации дает возможность регулировать амплятуду ВЧ напряжения в пределах (10 мв ÷0,5 в).

Уснлитель ВЧ (6) собран по каскадной схеме (лампа 6НІ4П). Такая схема позволяет получить достаточно высокое усиление с низким уровнем собственных шумов. Анодный контур усилителя настроен на частоту  $f_B$ . Перестройка усилителя на частоту  $f_F$  осуществляется с помощью низкоемкостного реле, которое подключает к контуру дополнительную емкость. С выхода усилителя сигнал поступает также на амплитудный детектор (7) и смеситель (12) канала выделения дисперсионной компоненты сигнала ЯМР и перестройки частоты автодина. В этот канал входят: генератор (13), усилитель промежуточной частоты (14), ограничитель (15), частотный детектор (16). УПТ (18).

Принципиальная схема канала приведена на фиг. З. На управляющую сетку смесителя (6С2П) поступает сигнал, в в цель катода подается ВЧ напряжения с контура гетеродина 6НЗП. Контур гетеродина настроен на третью гармонику кварца [12]. Аводной нагрузки смесителя является полосовой фильтр, настроенный на частоту  $f_{\rm sp} \approx 665~\kappa r \mu$ 



Такой выбор промежуточной частоты связан с возможностью приме ния одного кварцевого резонатора для стабилизации обеих частог и  $f_F$ , а также способствует осуществлению полуавтомагической пе

стройки спектрометра. Усиление по промежуточной частоте регулируется путем изме- з нения напряжения смещения. на управляющей сетке 6К4П. Контроль амплитуды высокочастотного напряжения осу- 2 ществляется микроамперметром 200 на иднодом ДГЦ -8. Такое включение прибора 1 позволяет также контролировать настройку авгодина на нужную частоту. Ограничительный каскад собран на двойном триоде 6НПП [13]. Его характеристика приведе-





на на фиг. 4. Как видно из рисунка, такая схема ограничения и хорошие результаты при минимальной амплитуде на сетке  $\approx 1.8$ . Тотный детектор имеет две пары диодов Д2В, включаемых в проти положной полярности. Такое включение вызвано тем, что, наприя при возрастании частоты автодина, если спектрометр настроен протоны  $f_{\rm np}$ , растет, а если на ядра фгора, то  $f_{\rm np}$  падает, хогя этом на выходе частотного детектора должна получаться одна и

### Спектрометр ядерного магнитного резонанса

же полярность постоянного напряжения. Переключение диодов осущеспаляется с помощью реле  $P_2$  посредством включения  $T_1$ . Этим же виключателем включается низкоемкостное реле в контуре усилителя ВЧ фиг. 2. С нагрузки частотного детектора сигнал может быть подин для регистрации через тумблер  $T_3$ , а также поступает на УПТ 6Н6П через  $T_2$ , служащий для выбора необходимой постоянной времени интегрирущей цепочки.



Фиг. 5. Принципиальная схема канала регистрации.

Первый каскад УПТ (правая половина 6Н6П) — усилитель напряжения, а второй каскад — усилитель мощности. Нагрузкой второго каскада служит подмагничивающая обмотка подстраивающего элемента, фиг. 2, включенная в цепь катода (точка А). Крутизна подстрой-



Фаг. 6. Частотная характеристика ИУНЧ. ки контура с учетом усиления по постоянному току  $\approx 20$  составляет  $\approx 10$  $\kappa_{24}/ms$ . Чувствительность частотного детектора  $\approx 50~ms/\kappa_{24}$ . Для стабилизации режима работы УПТ питание стабилизировано дополвительно (СГ2С, СГ4С).

Канал регистрации спектра состоит: из избирательного усилителя низкой частоты (ИУНЧ) (8), фазового детектора (9), интегрирующих цепей и согласующих каскадов (10) и регистрирующего прибора (11). В качестве регистрирующего прибора используется электронный потенциометр ЭПП — С9М2. Принципиальная схема канала регистрации приведена на фиг. 5.

Предусилитель настроен на частоту местной молуляции ~ 77 гц. Общий коэффициент усиления предусилителя на частоте 77 гц ~ 140.

стика ИУНЧ. Выходное напряжение регулируетс помощью потенциометра R<sub>1</sub> ≈ 6,8 ком.

Оконечный усилитель имеет также два каскада усиления, первый каскад собран по обычной пентодной схеме, второй каскад аналагичен предусилительному. Общий коэффициент усиления ≈ 160.

143

Частотная характеристика ИУНЧ представлена на фиг. 6. Как видно из характеристики, полоса пропускания на уровне 0,707 не превышает 2 гц. На выходе усилителя включен фазовый детектор, собранный на





Фиг. 7. Спектр ПММА при t = 25°С а/поглощение, б/лисперсия.



Фиг. 8. Спектр поглощения фторопласт — 4 при t = 25°С.

поляризованном реле РП — 5. Опорное напряжение через  $Tp_1$  подается на обмотку реле. Амплитуда опорного напряжения  $\approx 10$  s. С. одного из плеч фазового детектора сигнал подается на осциллограф СІ — 4 для контроля соответствия фазы опорного напряжения с фазой сигнала. Для регистрации сигнал через интегрирующую цепочку с постоянной временв 2,5 сек поступает на согласующий каскад 6НІП, нагрузкой которого является электронный потенциометр ЭПП — 0,9М2. Для проверки работы спектромегра были сняты спектры полиметвлетакрилата (фиг. 7) и спектр поглощения фторопласт —4 (фиг. 8). Ввиду достаточно высокой однородности магнитного поля  $H_0$ , как видно из рисунков, симметрия спектральных линий достаточно хорошая.

В заключение автор выражает свою искреннюю благодарность Н. М. Кочаряну за полезные советы.

ЦНИ физико-техническая лаборатория АН Армянской ССР

Поступила 261Х 1964

144

#### 11. 9. 91-411, 14.

### ՄԻՋՈՒԿԱՅԻՆ ՄԱԳՆԻՍԱԿԱՆ ՌԵԶՈՆԱՆՍԻ ՍՊԵԿՏՐՈՄԵՏՐ

## Ամ փոփում

Հոդվածում նկարադրված է  $\Pi M = 5000$  մշտական մադնիսի բաղայի վրա միջուկային մադնիսական սեղոնանսի ավտողինային սպեկտրոմ հարի սխեման։ Սպեկտրոմ հարը խույլ է տալիս ուսում նասիրելու և  $H'F^{10}$  ЯМР սպեկտրները։ Սպեկտրոմ հարի հաճախականուն լունը կայունացված է կվարցային ռեղոնատորով։ Հաճախականուն լան վերակառուցումը կիստավառմ ատային է։ Սպեկտրոմ հարը խույլ է տալիս պոլիմ երներում դիտելու ЯМР - ի ազդանշանների կլանման ու դիսպերսիայի սպեկտրները։ Բերվում են ստուգիչ սպեկտրներ  $\Pi MMH$  - ի և ֆաորոպյաստ 4-ի համար։

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Эндрю. Ядерный магнятный резонанс. И.Л. 1957.

- Pake G. E. Основы теории ядерного магнитного резонанса. Ат. J. Phys., 18, 438, 1950.
- Пакалов А. П., Ян Ша. Автолин для спектрометра ЯМР с кварцевой стабилизацией частоты, ДАН Арм. ССР, 35, 4, 1962.
- Mays J. M., Moore H. R., Shulman R. G. Усовершенствование ЯМР спектрометра. Rev. Sei Instr., 29, 300, 1958.
- Blame R. J. Кварцеван стабилизация генератора малых амплитуд спин-магнитометра, Rev. Sci. Instr., 29, 574, 1958
- Nolle A. W., Henneke H. L. Автоматическая регулировка частоты для автодинного спектрометра магнитного поглощения. Rev. Sci. Instr., 28, 930, 1957.
- Теснет Т. Схома частотной стабланзации для р. ч. снектрометра Паунда-Уаткинса. Rev. Sci. Instr., 32, 27, 1961.
- Декабрун Л. Л., Степанянц А. и др. Труды совещания по парамагнитному резонаису. Казань, 1959.
- Кочарян Н. М., Пакалов А. П. и др. Зависимость второго момента от степени вытяжки полиметилметакрилата. ДАН Арм. ССР. 40, № 1, 1965, 25.
- Lippmann H. Усилитель низкой частоты с очень узкой полосой пропускания. Exp. Techn. Phys., 1, 1, 1953.
- Пакалов А. П. Генератор пилообразных напряжений длительностью (1 3600) сек. ПТЭ, 5, 130, 1964.
- Быстров В. Ф., Декабрун Л. Л. и др. Аппаратура высокого разрешения спектров ядерного магнитного резонанса. ПТЭ, № 1, 1961, 122.
- 13. Сифоров В. И. Радиоприемные устройства. Воениздат, М., 1954.