

А. П. Пикалов и Ян Ши

Автодин для спектрометра ЯМР с кварцевой стабилизацией частоты

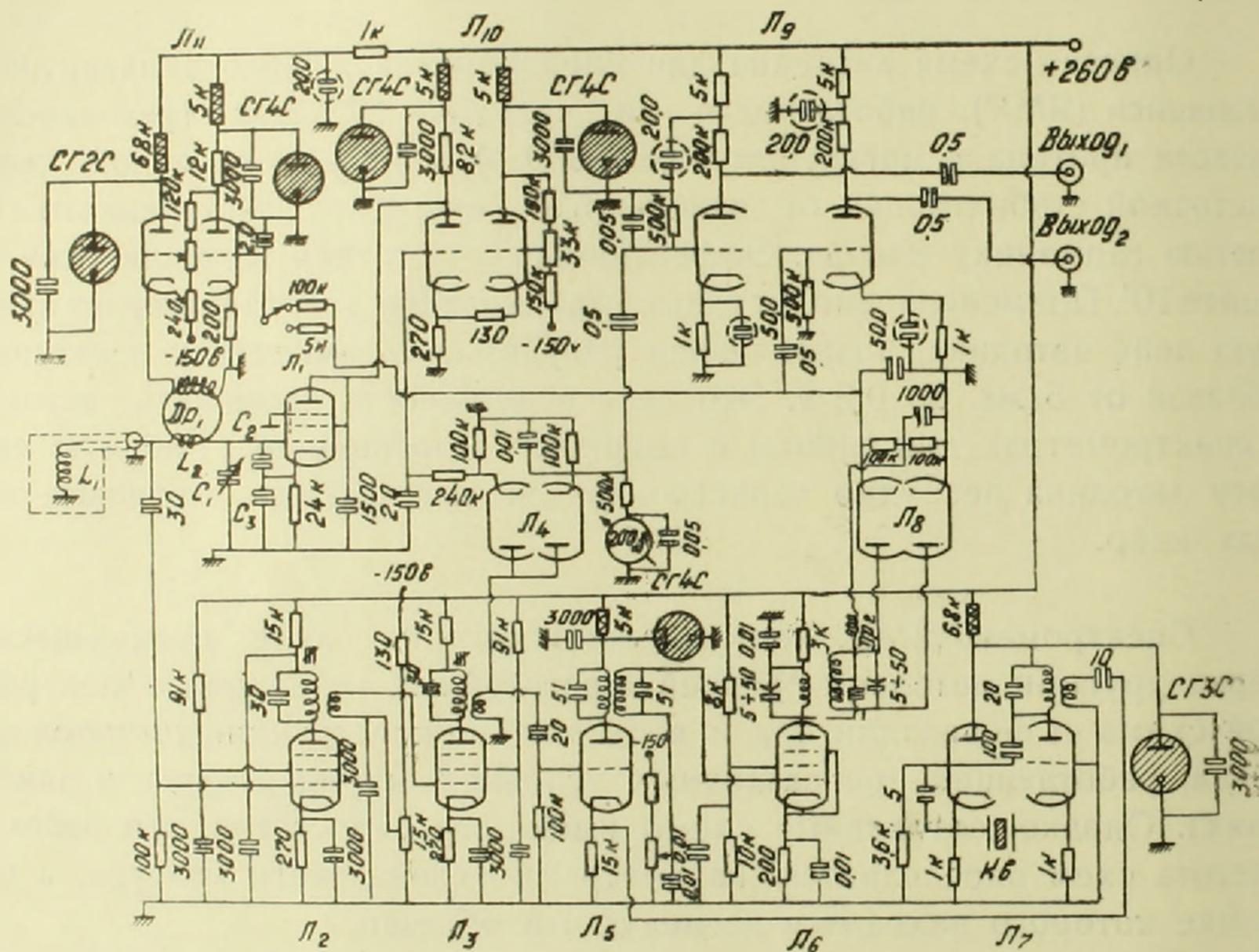
Описана схема автодина для спектрометра ядерного магнитного резонанса (ЯМР), работающего на частоте $\sim 22,7$ мгц (резонансная частота протона в магнитном поле 5330 э), с целью обратной связи частотной стабилизации от отдельного генератора, настроенного на третью гармонику кварца. Эффективность частотной стабилизации не менее 10^4 . Применена амплитудная стабилизация генерации через анодную цепь автодина, позволяющая регулировать амплитуду в катушке образца от 5 мв до 0,5 в. Это дает возможность применить автодин в спектрометрах для работы с высоким разрешением. Рабочую частоту автодина нетрудно перестроить для наблюдения резонанса разных ядер.

Спектрометр ЯМР, использующий автодин, имеет преимущества перед другими методами ⁽¹⁾ своей простотой как в отношении электронной схемы и ее наладки, так и в отношении конструкции датчиков образца, работающих при различных условиях (температурах и давлениях). Однако автодинные схемы имеют тот недостаток, что рабочая частота схем определяется параметрами резонансного контура, в катушке которого находится исследуемый образец.

В экспериментах, где температура или давление образца меняется в широких пределах, наблюдается уход частоты, что мешает наблюдению и исследованию спектров ЯМР. Кроме того, явление дисперсии, сопутствующее поглощению, также приводит к уходу частоты ⁽²⁾. Это искажает наблюдаемую форму линии и структуру спектра ЯМР. Максимальный уход частоты за счет эффекта дисперсии обратно пропорционален ширине линии. В случае резонанса протона для линии с шириной порядка 0,2э ошибка, обусловленная этим эффектом, становится сравнимой с истинной шириной линии. Это обстоятельство является серьезным препятствием для применения автодинного спектрометра для работы с узкими резонансными линиями (например, в жидкостях) в особенности для работы с высоким разрешением. Для устранения этих недостатков были предложены различные методы стабилизации частоты ⁽³⁻⁶⁾.

В данной работе описывается схема стабилизации частоты с помощью отдельного кварцевого генератора, различителя (частотный детектор), и управляющего элемента, представляющего собой дроссель с ферритовым сердечником, магнитная проницаемость которого соответственно изменяется в зависимости от тока в управляющей обмотке, который в свою очередь зависит от ухода частоты автодина. В схеме спектрометра применена также амплитудная стабилизация колебаний автодина через цепь анода, позволяющая значительно уменьшить число элементов в цепи сетки автодина; это способствует уменьшению собственных шумов.

Описание и принцип работы схемы. Полная принципиальная схема автодина приведена на фиг. 1. Автодин собран по трехто-



Фиг. 1. Принципиальная схема автодинного спектрометра.

точной схеме с заземленным анодом на лампе L_1 (6Ж9П). Лампа выбиралась из соображений получения минимальных амплитуд колебаний и собственных шумов.

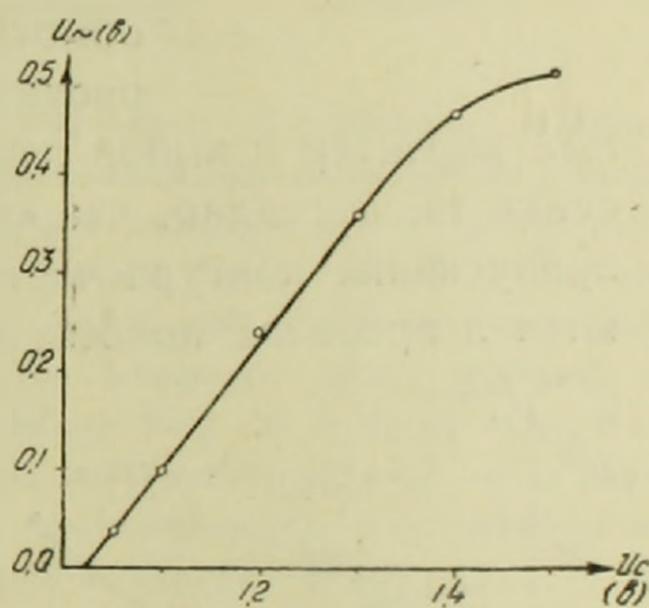
Резонансная система автодина состоит из L_1 , L_2 , C_1 , C_2 , C_3 и настроена на резонансную частоту протона $\sim 22,7$ мгц, соответствующую магнитному полю 5330 э. L_1 находится в датчике и представляет собой катушку диаметром 5,6 мм, содержащую 6 витков провода ПЭЛ $\varnothing 0,25$ мм с длиной намотки 5 мм. Каркас катушки изготовлен из полиметилметакрилата, внутри которого помещается стеклянная ампула диаметром 5,1 мм с исследуемым веществом. L_2 содержит 12 витков ПШД $\varnothing 0,1$ мм, намотанных на «шейку» ферритового кольца Dp_1 . Последовательное включение L_1 и L_2 позволило значительно снизить напряженность высокочастотного магнитного поля в образце.

Колебания, промодулированные сигналом ядерного поглощения, снимаются с L_1 и поступают на вход двухкаскадного резонансного усилителя, собранного на лампах L_2 и L_3 (6Ж1П). Коэффициент усиления усилителя регулируется в пределах 30—40 дб. С выхода высокочастотного усилителя колебания подаются на: 1) амплитудный детектор $1/2L_4$ (6Х2П) автоматической регулировки амплитуды (АРА), 2) преобразователь частоты, 3) амплитудный детектор $1/2L_4$, с которого сигнал после усиления по низкой частоте $1/2L_9$ (6Н2П) поступает на вход регистрирующих приборов (ЭНО-1 или ЭПП-09).

1. Система АРА представляет собой однокаскадный усилитель постоянного тока (УПТ), собранный на лампе L_{10} (6Н6П) (коэффициент усиления 40 дб) с анодной нагрузкой, которая управляет напряжением анода L_1 .

С помощью системы АРА удается снизить нестабильность амплитуды высокочастотных колебаний автодина приблизительно в 20 раз.

Интегральная цепь в сетке УПТ, имеющая постоянную времени порядка 0,5 сек, позволяет устранить медленный дрейф амплитуды и не исказить форму сигнала поглощения при медленном прохождении через резонанс. Регулировка амплитуды автодина осуществляется путем изменения анодного тока в правом триоде L_{10} . Регулировочная характеристика (зависимость амплитуды высокочастотных колебаний автодина от напряжения на сетке L_{10}) приведена на фиг. 2. Такая система позволяет получить низкие устойчивые амплитуды на катушке образца около 5—6 мв.



Фиг. 2. Регулировочная характеристика АРА.

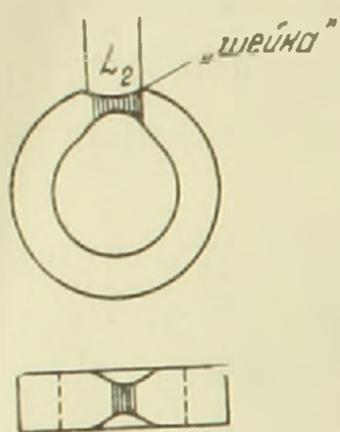
2. Преобразователь частоты состоит из смесителя L_5 (6С2П) и отдельного гетеродина L_7 (6Н3П), настроенного на третью гармонику частоты кварца (19894 кгц) (?). Кварц помещен во внутрь пенопластового блока для термостабилизации.

Для устранения взаимосвязи между УВЧ и гетеродином колебания последнего подаются на катод смесителя. В аноде смесителя включен полосовой фильтр, настроенный на частоту $\sim 2,8$ мгц, с которого колебания после усиления по промежуточной частоте L_6 (6К4П) подаются на различитель L_8 (6Х2П). Контур различителя имеет полосу пропускания ~ 25 кгц. Уход частоты автодина от основной создает постоянное напряжение на нагрузке различителя, величина и полярность которого соответствуют величине и знаку ухода частоты. Это напряжение поступает на вход двухкаскадного УПТ L_{11} (6Н6П), который управляет током через управляющую обмотку Dp_1 . Интегральные цепи в сетке УПТ имеют две постоянные времени (2 мсек и 0,2 сек), позволяющие наблюдать сигнал поглощения без искажений,

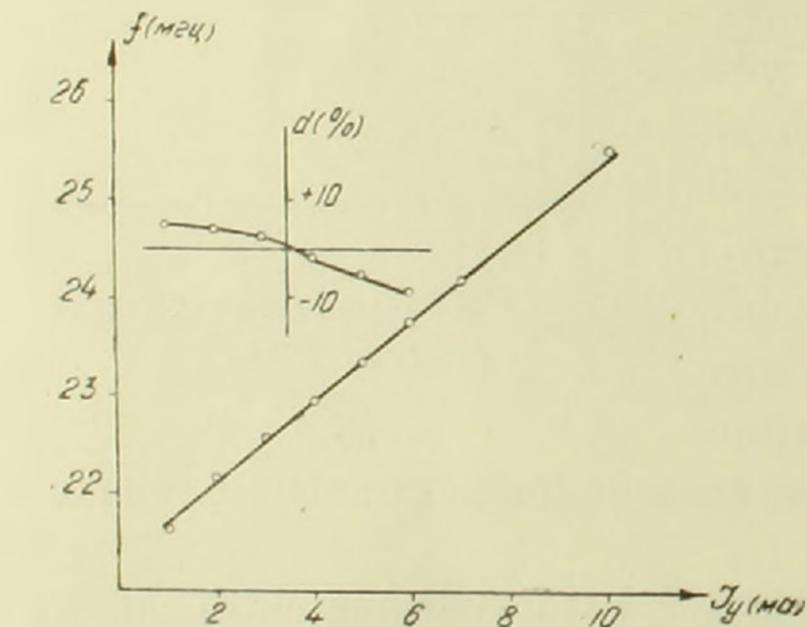
вносимых явлением дисперсии, и сигнал дисперсии снимается с частотного детектора и подается через УНЧ L_9 (6Н2П) на регистрирующие устройства.

Эффективность системы управления не хуже 100 кгц/мв . Так как чувствительность различителя составляет сотни мв/кгц , то общая чувствительность системы автоподстройки частоты не хуже 10^4 . Чувствительность может быть повышена за счет снижения f пр.

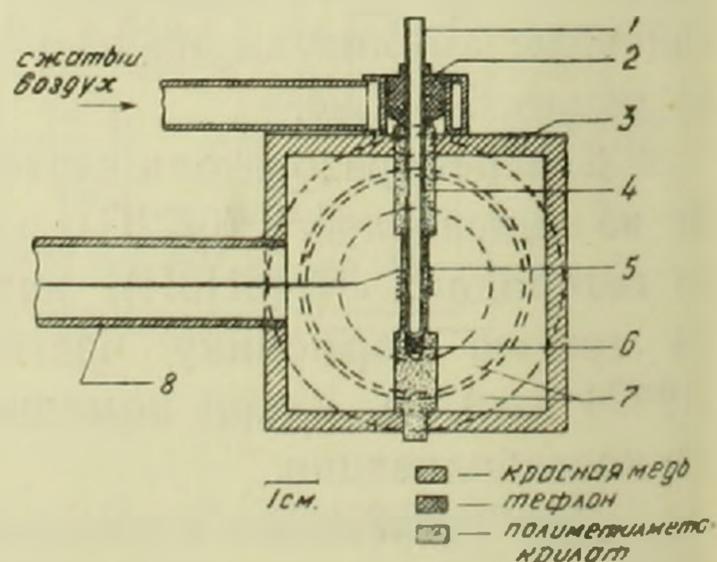
Конструкция Dr_1 приведена на фиг. 3. Дроссель изготовлен на ферритовом кольце специальной марки, с наружным диаметром 7 мм, внутренним диаметром 4 мм, толщиной кольца 1,5 мм. Для повышения эффективности работы дросселя часть кольца, охватываемая катушкой L_2 , была сточена до диаметра около 1 мм („шейка“). Управляющая обмотка имеет 800 витков провода ПЭЛ $\varnothing 0,05 \text{ мм}$. Дроссель помещен внутри пенопластового футляра во избежание температурных флуктуаций и механических вибраций. Зависимости частоты резонансной системы автодина и потерь в феррите (относительно рабочей точки) от тока в управляющей обмотке I_y приведены на фиг. 4. Как видно из рисунка, зависимость частоты от I_y имеет линейный характер и выбор рабочей точки не является критичным. Из рисунка также видно, что при рабочей частоте $\sim 22,7 \text{ мгц}$ и полосе пропускания контура частотного детектора $\sim 25 \text{ кгц}$ потери изменяются в пределах полосы не более чем на $\sim 0,08\%$.



Фиг. 3. Ферритовое кольцо.



Фиг. 4. Зависимости частоты f и потерь d (относительно рабочей точки) резонансного контура автодина от тока I_y в управляющей обмотке дросселя.



Фиг. 5. Чертеж датчика. 1—ампула; 2—турбинка; 3—корпус; 4—каркас; 5—катушка образца; 6—пятка; 7—катушки местной модуляции; 8—жесткий коаксиальный кабель.

Конструкция датчика ясна из чертежа, показанного на фиг. 5. Во избежание нарушения однородности постоянного магнитного поля корпус датчика был изготовлен из электролитической красной меди высокой степени чистоты. После полной механической обработки корпус дат-

чика подвергался травлению в соляной кислоте для удаления ферромагнитных включений, оставшихся от обрабатывающих инструментов. В датчике имеются две пары катушек местной модуляции. Каждая пара включена последовательно. Катушки со средним диаметром 54 мм имеют по 200 витков провода ПШД Ф0,1 мм. Катушки со средним диаметром 36 мм имеют по 180 витков провода ПШД Ф 0,1 мм. Для получения спектров высокого разрешения предусмотрена возможность вращения образца сжатым воздухом. Применены сменные катушки для наблюдения широких и узких линий.

Авторы считают своим приятным долгом выразить благодарность чл.-корр. Академии наук Армянской ССР Н. М. Кочаряну за постоянный интерес к работе, Л. Л. Декабруну за полезные советы и инженеру З. В. Асланяну за помощь в монтаже схемы.

Физико-техническая лаборатория
Академии наук Армянской ССР

Ա. Պ. ՊԻՎԱԼՈՎ ԵՎ ՅԱՆ ՇԻ

ՄՄՌ- ալտոդինամիկ սպեկտրոմետրը հաճախականության կվարցյա ստաբիլիզացիայով

Նկարագրված է ՄՄՌ (Միջուկային Մագնիտական Ռեզոնանս) ալտոդինամիկ սպեկտրոմետր, որն աշխատում է 22,7 մդ (պրոտոնի ռեզոնանսային հաճախականությունը 5330 է մագնիտական դաշտում) հաճախականությամբ: Հաճախականության ստաբիլիզացիայի համար օգտագործված է առանձին գեներատոր, որը համալսրված է կվարցի երրորդ հարմոնիկայի հետ: Հաճախականության ստաբիլիզացիայի էֆեկտիվությունը ավելի քան 10^3 է: Օգտագործված է դիներատորի ամպլիտուդային ստաբիլիզացիա, ալտոդինի անոդային շղթայի միջոցով, որը հնարավորություն է տալիս կարգավորել ամպլիտուդան նմուշի կոճի մեջ 5 մվ-ից մինչև 0,5 վ: Սա հնարավորություն է տալիս օգտագործել ալտոդինային սպեկտրոմետրը բարձր լուծող ընդունակություն պահանջող աշխատանքներում: Ալտոդինի աշխատանքային հաճախականությունը գծվար չէ վերականգնել տարրեր միջուկների ռեզոնանսը հետազոտելու համար:

Л И Т Е Р А Т У Р А

¹ Эндрю, Ядерный магнитный резонанс. Изд., иностр. лит. 1957. ² Пейк, Am. J. Phys. 18 438 (1950). ³ Ж. Бенедек и Т. Кушида, J. Phys. Chem. Solids, 5, 241, (1958). ⁴ Р. Блюм, Sci. Instr. 29, 574 (1958). ⁵ А. Ноль и Х. Хенек, Rev. Sci. Instr. 28, 930. (1957). ⁶ Дж. Джинер, Rev. Sci. Instr. 32, 27 (1961). ⁷ В. Ф. Быстров, Л. Л. Декабрун и др. ПТЭ № 1, 122 (1961).