

А. СЮГИС, М. АЛЛА, Э. ЛИППМАА

ПРИЕМНЫЙ ТРАКТ СПЕКТРОМЕТРА ЯМДР ДЛЯ ПРОТОНОВ

Приемный тракт в спектрометрах ядерного магнитного двойного резонанса (ЯМДР) должен удовлетворять значительно более высоким и разнообразным требованиям, чем в спектрометрах для монорезонанса. Применение сильного возмущающего ВЧ поля H_2 повышает требования к стабильности устройства ВЧ компенсации в измерительной головке (мост или скрещенные катушки), особенно при изменяющейся температуре датчика [1]. В этом случае весьма целесообразным оказался импульсный метод разделения времени (РВ) [2] с датчиком без ВЧ компенсации или с ВЧ мостом. В последнем случае требования к стабильности моста и полноте запираания передатчика сильно снижаются и отпадает необходимость смены датчика при переходе от работы без РВ (комнатная температура, умеренная амплитуда поля H_2) к работе с РВ. Усилитель ВЧ для работы с РВ должен или целиком запирается на время работы передатчика или достаточно быстро восстанавливать свое усиление после перегрузки.

В большинстве опытов по ЯМДР амплитуда поля H_2 достаточна для возбуждения максимального сигнала от возмущаемой спектральной линии. В то же время измеряемый сигнал обычно значительно меньше своего максимального значения во избежание насыщения. Кроме того, часто интенсивность возмущаемой линии больше интенсивности измеряемой линии. Все это приводит к различию в уровнях детектируемого (от измеряемой линии) и недетектируемого (от возмущаемой линии) сигналов на один-два порядка. Недетектируемый сигнал со значительно большей амплитудой вызывает по крайней мере три основных нежелательных аппаратных эффекта: 1) смещение нулевой линии из-за остаточного разбаланса фазового детектора; 2) изменение чувствительности приемного тракта из-за нелинейности его элементов; 3) во избежание перегрузки схемы приходится уменьшать усиление и вместе с тем полезный сигнал до уровня, при котором начинает уже сказываться дрейф нуля выходных цепей постоянного тока. Указанные эффекты являются наиболее вредными при измерении интенсивностей линий.

Применение модуляции магнитного поля с НЧ фазочувствительным детектированием позволяет уменьшить отмеченные нежелательные эффекты, а также снизить требования к ВЧ фазовому детектору. Практически полное устранение этих эффектов может быть достигнуто применением острого резонансного фильтра на соответствующей частоте модуляции магнитного поля. Полуширина полосы пропускания этого фильтра должна быть меньше минимальной разности частот между измеряемой и возмущаемой линиями ЯМР.

В опытах по ЯМДР желательно применять спиновый стабилизатор Примаса, работающий от сигнала дисперсии линии внутреннего стандарта (ТМС), с использованием двойной модуляции поля. Однако работе такого стабилизатора мешают отмеченные выше аппаратные эффекты, вызывающие искажения исследуемых линий во

время появления недетектируемых сигналов в канале стабилизатора. Не исключены даже перескоки стабилизатора на другие линии спектра. Применение же достаточного узкополосного резонансного фильтра на частоте дополнительной модуляции поля перед вторым (регулирующим) НЧ фазовым детектором позволяет избавиться от вредного влияния недетектируемых сигналов. Ниже описаны блоки приемного тракта к спектрометру [1]; некоторые схемы этого спектрометра опубликованы также в [3].

Усилитель и фазовый детектор ВЧ

Усилитель ВЧ имеет два канала: канал сигнала и канал опорного напряжения (рис. 1). Канал сигнала (L_{1-5}) может работать в режиме РВ, обладая временем восстановления усиления после перегрузки порядка 2 мксек. Коммутирующее напряжение через L_{11} подается только на последний каскад усилителя (L_5), который для увеличения затухания в закрытом состоянии нейтрализован (C_n) и имеет ограничение сеточного напряжения (D_{106}). Усиление регулируется с помощью R_1 , который изменяет сеточное напряжение ламп $L_{2,3}$. Возникающее при

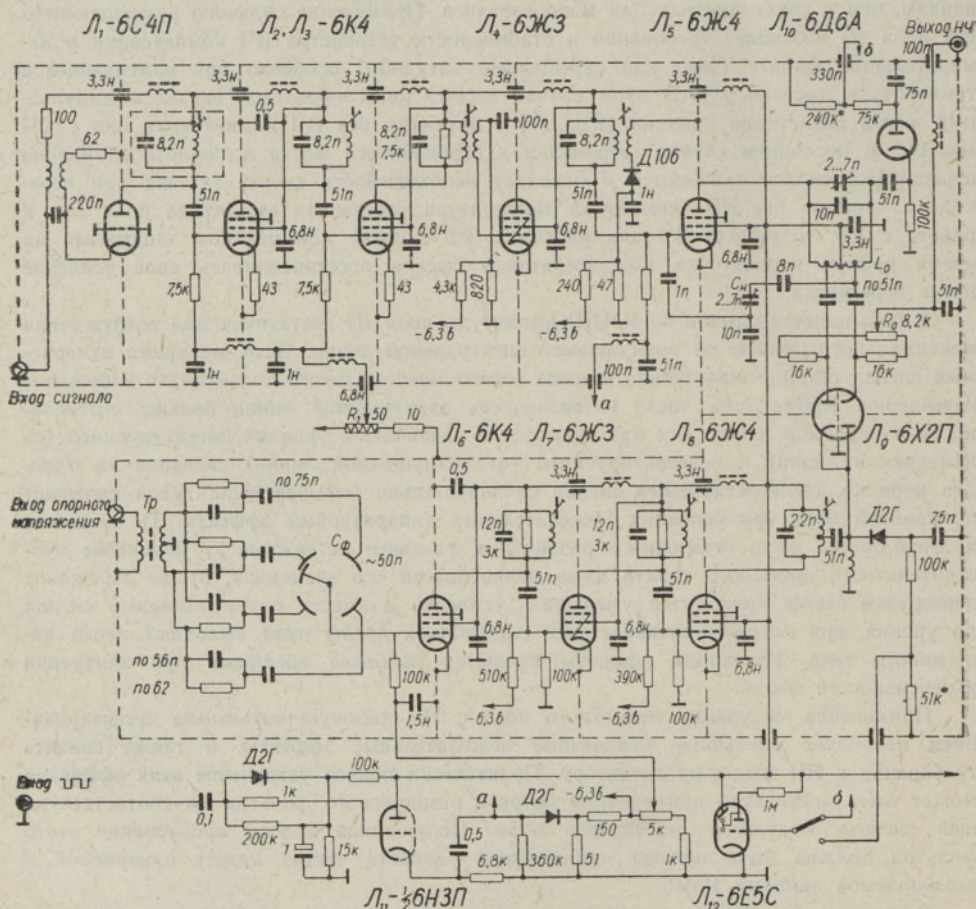


Рис. 1. Усилитель и фазовый детектор ВЧ на 40 Мгц.

Индуктивность дросселей: без сердечника — 15 мкГн, с ферритовым сердечником — 25 мкГн. Накальные цепи (на схеме не показаны) имеют развязку из проходных конденсаторов по 6,8 нФ и дросселей с ферритовым сердечником индуктивностью 1 мкГн.

этом изменение входной емкости этих ламп в некоторой мере компенсируется нешунтированными резисторами по 43 ом в катодных цепях. В канал опорного напряжения (L_{6-8}), включен круговой фазовращатель (Tp, C_{ϕ}). Более простые некруговые ($\leq 180^\circ$) фазовращатели очень неудобны в работе.

Для фазового детектора ВЧ (L_9) характерны малое изменение чувствительности и малое смещение нулевой линии под влиянием недетектируемого сигнала. Малое изменение чувствительности (меньше 1% при выходном суммарном напряжении 3 в и исчезающе мало при 300 мв) достигнуто применением только ламповых диодов (L_9, L_{10}) и воздушного контура (L_0) в канале сигнала. Применение ферритовых сердечников недопустимо в любых контурах (применимы карбонильные сердечники). Малое смещение нулевой линии (несущественное при работе с модуляцией), менее 1/200 от суммарного выходного сигнала (до 3 в), является следствием применения лампового диода L_9 и хорошей балансировки детектора. По опорному напряжению балансировка выполняется с помощью R_0 , а по сигнальному — грубо перемещением выводов от L_0 и тонко — тем же R_0 (по опорному напряжению небольшой разбаланс несущественен). Итак, без чрезмерного усложнения конструкции (см., напр., [4]) достигнуты приемлемые характеристики. Применение полупроводниковых диодов в усилителе и детекторе ВЧ недопустимо ввиду зависимости их емкости от напряжения, что приводит к нарушению настройки контуров и, следовательно, к изменению усиления спектрометра.

Генератор коммутирующего напряжения

Генераторы для осуществления работы с разделением времени серийно не изготавливаются [5]. Генератор должен выдавать два вида прямоугольных напряжений (см. рис. 2). Промежутков времени Δt между запуском передатчика и отпиранием приемника нужен для затухания колебаний в ВЧ контурах. Схема такого генератора приведена на рис. 2.

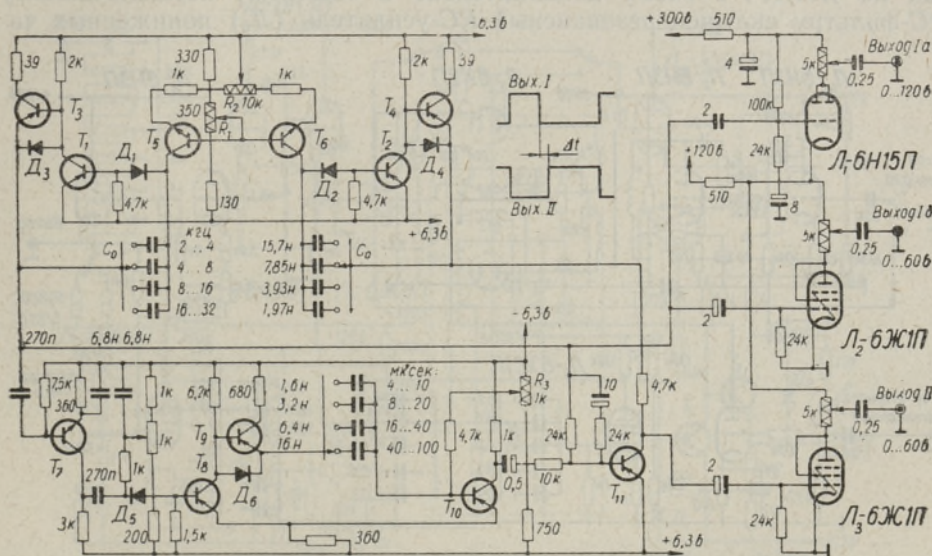


Рис. 2. Генератор коммутирующего напряжения.

Диоды $D_{1,2}$ — Д220; D_{3-6} — Д9Д; триоды $T_{1,2}$ — П16А; $T_{3,4}$ — П16; $T_{5,6}$ — П101; T_7 — П11; T_{8-11} — П15А; конденсаторы C_0 выбраны попарно с допуском 1%.

Прямоугольное напряжение для управления передатчиком (синтезаторами для получения измерительного и возмущающего ВЧ полей H_1 и H_2) подается на выходы Ia и Ib прямо от мультивибратора (триоды T_{1-6}) через усилители $L_{1,2}$, а для управления приемником — после замедления переднего фронта на Δt в одновибраторе (T_{8-10}) через ключ T_{11} и усилитель L_3 . Прибор допускает независимую регулировку частоты коммутации (R_1) и скважности (R_2). Скважность определяет отношение времени работы передатчика и приемника и может быть изменена от 1:10 до 10:1. Независимость скважности, а следовательно, и амплитуд полей H_1 и H_2 от частоты повторения импульсов повышает точность калибровки их амплитуд.

Фазовый детектор НЧ и фильтры

Для минимизации отмеченного выше влияния недетектируемого сигнала с большой амплитудой необходимо, чтобы детектор был хорошо сбалансирован, обладал достаточной линейностью и большим динамическим диапазоном. Из большого числа разнообразных типов детекторов [6] наибольшим динамическим диапазоном обладают двухтрансформаторные фазовые детекторы, которые, по нашим измерениям, балансируются почти так же хорошо, как и ламповые бестрансформаторные [3]. Для частотного диапазона от 2 до 10 кГц хорошо зарекомендовал себя приведенный на рис. 3 фазовый детектор ($L_{2,3}$). Главная причина изменения чувствительности — нелинейность трансформатора Tr_1 сигнального канала. Это изменение чувствительности уменьшено с 4 до 0,5% введением отрицательной обратной связи (R_0) при напряжении на детекторе, соответствующем выходному напряжению ± 50 в. При таком же условном выходном напряжении точность балансировки составляет 1:2000 (R_1, C_5).

Для эффективной фильтрации биений, всегда возникающих в опытах по ЯМДР, в схему дополнительно к обычному переключаемому RC-фильтру включен резонансный RC-усилитель (L_5) пониженных ча-

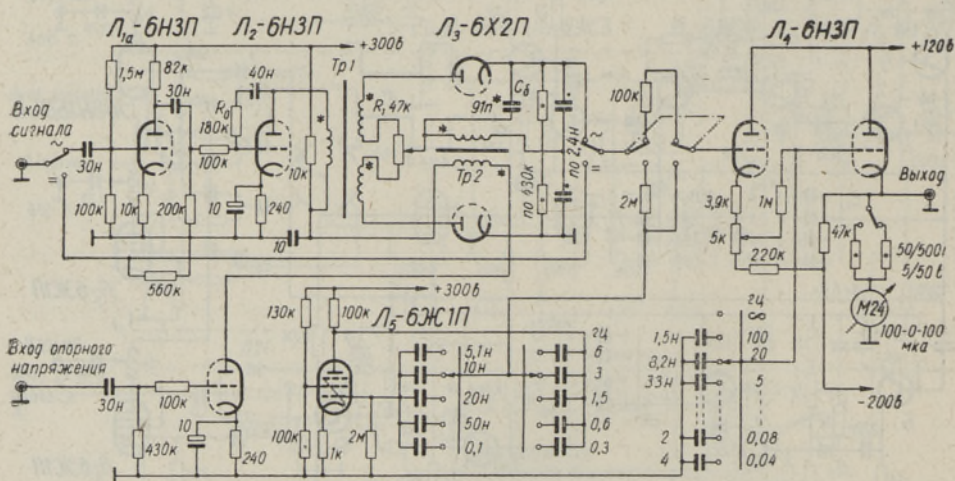


Рис. 3. Фазовый детектор НЧ и фильтры.

Детали, отмеченные точкой, имеют допуск $\pm 1\%$. Tr_1 — 550/2 \times 900 витков, вторичные обмотки расположены симметрично; Tr_2 — 550/1100 витков; паразитные емкости уменьшены использованием полиэтиленовых прокладок; направление намотки и соединения обмоток выбраны с учетом минимизации емкостной связи.

стот [7, 8], образующий переключаемый фильтр нижних частот с подъемом на «резонансной» частоте только 20%. Этот RC-усилитель работает независимо от уровня постоянного сигнала и не вызывает дрейфа, так как он не имеет резистивной связи с цепью сигнала, чего нельзя сказать о RC-усилителе по [9].

Регенерированный резонансный фильтр НЧ

Для фильтрации детектируемого сигнала от ближайшего недетектируемого сигнала минимальная полуширина полосы пропускания фильтра должна быть порядка 1 гц, что при резонансной частоте 5 кГц соответствует добротности $Q = 2500$. Фильтр должен обладать хорошей линейностью и допускать регулировку полосы пропускания. Ферромеханические (камертонные и магнетострикционные) и сегнетокерамические фильтры недостаточно линейны и не допускают удобной регулировки полосы пропускания. Последний недостаток присущ и кварцевым фильтрам. Оказалось, что регенерированный LC-контур может иметь удовлетворительные характеристики, хотя простейшие подобные схемы непригодны для данной цели [10].

Схема примененного нами фильтра изображена на рис. 4. Катушка контура — воздушная, на каркасе из материала с малым коэффициентом расширения и обладает температурным коэффициентом индуктивности, равным коэффициенту термического расширения меди ($21,7 \cdot 10^{-6}$). Температурный коэффициент резонансной частоты контура не превышает $10 \cdot 10^{-6}$ и $Q = 63$. Контур заключен в массивный немагнитный экран и может быть термостатирован. Контур регенерирован двухкаскадным усилителем (L_{2-4a}), который охвачен 100%-ной отрицательной обратной связью для улучшения линейности и стабильности Q . Степень регенерации регулируется с помощью R_p в диапазоне полуширины полосы пропускания от $\sim 0,2$ до 10 гц. При полуширине полосы

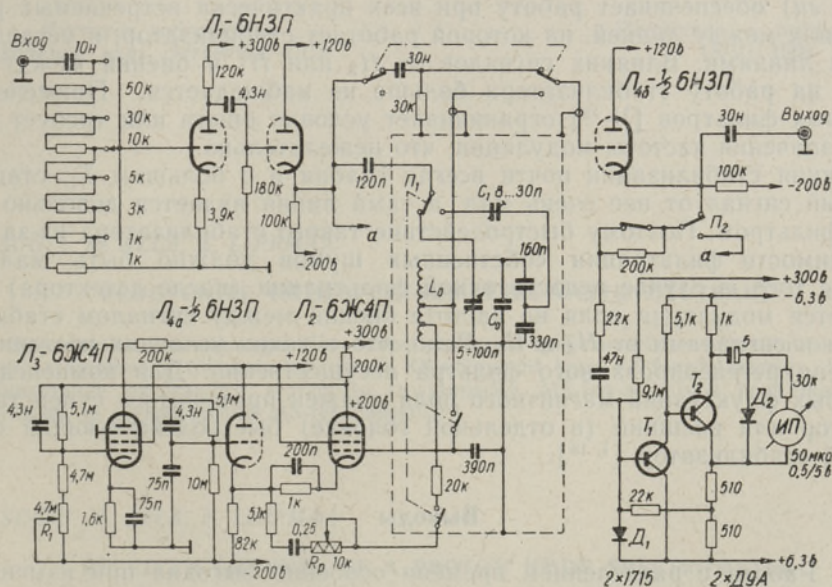


Рис. 4. Регенерированный резонансный фильтр НЧ на 5 кГц.

L_0 — 0,3 гн. 3600 витков, \varnothing 0,35, отводы от 520-го и 1570-го витка; C_0 — 2×750 пф КС-3 «М» (ТКЕ $\approx -50 \cdot 10^{-6}$) + 3×510 пф КС-3 «0» (ТКЕ $\approx 0 \cdot 10^{-6}$).

0,2 гц и выходном напряжении до 5 в нелинейность ниже 2% (при поле 2 гц ниже 0,2%). При обычно применяемом выходном напряжении $\leq 0,5$ в нелинейность пренебрежимо мала. Кратковременные флуктуации резонансной частоты не превышают 10^{-6} (0,005 гц), а дрейф — 0,01 гц/ч. В случае работы без регенерации (P_1) полуширина полосы равна 40 гц при коэффициенте передачи 1.

Дрейф резонансного коэффициента передачи в результате изменения добротности определяется температурным коэффициентом сопротивления меди (0,4%) и при коэффициенте регенерации, равном 20 (полуширина 2 гц), составляет 8% на градус. Калибровка полосы производится измерением отношения амплитуд на входе и выходе фильтра (P_2) с помощью вольтметра на T_1 , T_2 и ИП. Это отношение пропорционально полосе пропускания и при начальной регулировке установлено (с помощью C_1) равным 1 для полосы 2 гц. R_1 служит для установления наиболее линейного режима L_2 (по скорости затухания или нарастания колебаний на пороге самовозбуждения).

Применение узкополосного резонансного фильтра позволяло значительно повышать точность измерения малых изменений интенсивностей спектральных линий. В отсутствие фильтра эти эффекты Оверхаузера легко перекрываются аппаратным эффектом. Изменение амплитуды сигнала от метиленовых протонов фенициклогексана при прохождении возмущающим полем ($\sqrt{H_2}/2\pi = 1$ гц) линии от ароматических протонов составляет 3%. Ложный сигнал, появляющийся независимо от наличия измерительного ВЧ поля H_1 , несколько превышал эту величину и был полностью устранен после включения фильтра.

Внутренний спиновый стабилизатор

Описанный резонансный фильтр оказался весьма полезным в тракте спинового стабилизатора, работающего от внутреннего стандарта (ТМС). Применение регенерированного фильтра (при полуширине полосы $1 \div 5$ гц) обеспечивает работу при всех практически встречаемых расстояниях между линией, на которой работает стабилизатор, и исследуемыми линиями. Влияния сигналов от H_2 или H_1 и биений между H_2 и H_1 на работу стабилизатора больше не наблюдается. Применение обычных фильтров [11, 12] ограничивает условия опыта или требует малого значения частоты модуляции, что нежелательно.

Линия стабилизации почти всегда слабая и с большим T_1 , стационарный сигнал от нее очень мал, а сама линия является довольно узким фильтром. Поэтому быстроедействие такого стабилизатора из-за необходимости фильтрации собственных шумов должно быть малым. Кроме того, в случае недостаточной фильтрации (после детектора) появляется модуляция поля на частоте биений между сигналом стабилизации и сигналами от H_2 и H_1 . Ясно, что в таких условиях постоянная времени регенерированного фильтра незначительна. Для компенсации быстрых флуктуаций магнитного поля должен применяться суперстабилизатор или внешний (в отдельной головке) быстроедействующий спиновый стабилизатор [1, 13].

Выводы

1. Работа с разделением времени особенно выгодна при изменяющейся температуре образца и наличии сильного возмущающего ВЧ поля.
2. Исследованы причины и найдены пути устранения нелинейности

и разбаланса ВЧ и НЧ фазовых детекторов. Введенные усовершенствования позволили провести работы [14-16] по измерению ядерного эффекта Оверхаузера.

3. Применяемый регенерированный фильтр окончательно позволяет решить задачу разделения сигналов от различных линий ЯМР в том смысле, что более близкое значение частоты сильного возмущающего ВЧ поля к измеряемой линии невозможно из-за прямого влияния этого поля на измеряемую линию.

4. В канале внутренней стабилизации применение регенерированного фильтра целесообразно, особенно в опытах по ЯМДР.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сюгис А., Липпмаа Э., Изв. АН ЭССР, Физ. Матем., 16, № 1, 81 (1967).
2. Липпмаа Э., Паст Я., Пускар Ю., Алла М., Сюгис А., Изв. АН ЭССР, Сер. физ.-матем. и техн. наук, 15, № 1, 51 (1966).
3. Липпмаа Э. Т., Ж. структ. хим., 8, № 4, 717 (1967).
4. Nagath A., Gwinn W. D., Rev. Sci. Instr., 33, No. 1, 79 (1962).
5. Липпмаа Э., Паст Я., Оливсон А., Салувере Т., Изв. АН ЭССР, Сер. физ.-матем. и техн. наук, 15, № 1, 58 (1966).
6. Zeil W., Bodensch H. K., Z. Instrumknd., 68, Nr. 4, 76 (1960).
7. Сааков Е. О., Теория и расчет избирательных RC-систем, М.—Л., 1954.
8. Сюгис А., Изв. АН ЭССР, Сер. физ.-матем. и техн. наук, 15, № 2, 191 (1966).
9. Босый Н. Д., Электрические фильтры, Киев, 1955, с. 425.
10. Ашимов Н. М., Радиотехника, 22, № 8, 26 (1967).
11. Cohen A. D., McLauchlan K. A., Mol. Phys., 9, No. 1, 49 (1965).
12. Noggle J. H., Rev. Sci. Instr., 35, No. 9, 1166 (1964).
13. Сюгис А., Алла М., Изв. АН ЭССР, Физ. Матем., 17, № 4, 426 (1968).
14. Липпмаа Э., Алла М., Изв. АН ЭССР, Сер. физ.-матем. и техн. наук, 15, № 3, 473 (1966).
15. Липпмаа Э., Алла М., Сюгис А., Изв. АН ЭССР, Физ. Матем., 16, № 3, 385 (1967).
16. Липпмаа Э., Алла М., Изв. АН ЭССР, Физ. Матем., 17, № 1, 117 (1968).

Институт кибернетики
Академии наук Эстонской-ССР

Поступила в редакцию
18/VI 1968

A. SUGIS, M. ALLA, E. LIPPMAA

PROOTONITE TMTR-SPEKTROMEETRI VASTUVÖTUTRAKT

Kirjeldatakse tuumamagnetilise topeltresonants-spektromeetri vastuvõtutrakti elemente: ajajaotusega töötamiseks sobivat KS-võimendit koos KS-faasdetektoriga, kommutatsioonipingega generaatorit ajajaotuse teostamiseks, MS-faasdetektorit koos madalläbivusfiltriga ja regeneeritud MS-resonantsfiltrit.

A. SUGIS, M. ALLA, E. LIPPMAA

RECEIVER CHANNEL OF A PROTON NMDR SPECTROMETER

Nuclear magnetic double resonance (NMDR) spectrometers set forth special requirements to the NMR signal detecting units, such as high linearity and small zero shift in the presence of strong spurious signals arising under the influence of the strong

perturbing *rf* field H_2 . An *rf* amplifier for time sharing with an *rf* phase detector (Fig. 1.) of high linearity under double resonance conditions and suitable for line intensity measurements is described. A versatile pulse generator (Fig. 2) for time sharing has all necessary outputs for driving the transmitter and the receiver. An *af* phase detector (Fig. 3) has sufficient dynamic range with high linearity and small zero shift (1:2000 in the ± 50 -V range) and is followed by a resonant *RC* amplifier-filter which does not affect zero drift. A regenerative *LC*-filter (Fig. 4) has been used for the further improvement of measuring accuracy of the NMDR spectra. This filter removes all spurious signals before the *af* phase detector and is characterized by an effective *Q* up to 10 000 at 5 kHz, negligible nonlinearity and resonance frequency drift down to 0.01 Hz per hour. The quality of field/frequency regulation of an internal spin stabilizer can be remarkably improved by the use of this filter.