

Разработка и исследование импульсного измерителя магнитной индукции на основе ядерно-магнитного резонанса для диапазона сильных магнитных полей

Ю. И. НЕРОНОВ, Н. Н. СЕРЁГИН

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия, e-mail: yineronov@yandex.ru

Разработан импульсный измеритель магнитной индукции для тестирования постоянных магнитных полей магнитов, электромагнитов и соленоидов. Получена погрешность прибора $2 \cdot 10^{-6}$ для полей индуктивностью порядка 25 мТл при однородности поля $7 \cdot 10^{-5}$ в пределах 1 см.

Ключевые слова: ядерный магнитный резонанс, тесламетр.

A pulsed magnetic induction measuring instrument is designed for testing static magnetic fields of the magnets, electromagnets and solenoids. In the fields of the order of 25000 μ T (at field homogeneity $\delta B/B \approx 7 \cdot 10^{-5}$ to within 1 cm) appliance error is $\delta B \approx 2 \cdot 10^{-6}$.

Key words: NMR, teslameter.

Для измерения магнитной индукции постоянных магнитных полей магнитов, электромагнитов и соленоидов широко используют серийно выпускаемый прибор Ш1-9. Прибор обеспечивает цифровой отсчёт измеряемой величины на основе регистрации сигнала ядерно-магнитного резонанса (ЯМР) и определяет магнитную индукцию в диапазоне 25–2500 мТл. Сигнал ЯМР регистрируется с применением модуляции магнитного поля по уменьшению амплитуды уровня генерации LC-контура из-за поглощения радиочастотной энергии протонами воды в моменты выполнения условий резонанса. Резонансные условия метода ЯМР основаны на известном соотношении, в которое входят фундаментальная (гиромагнитное отношение протонов) и другие физические константы:

$$\nu(H_2O) = [\gamma_p / (2\pi)] [1 - \sigma(H_2O) - \kappa(H_2O) / 6] B_{\perp}, \quad (1)$$

где $\nu(H_2O)$ – частота резонанса;

$$\gamma_p / (2\pi) = 42,577\,478\,92(29) \text{ МГц/Тл} -$$

гиромагнитное отношение протона [1];

$$\sigma(H_2O) = (25680 \pm 2,5) \cdot 10^{-9} -$$

экранирование протонов в воде при 25 °С [2];

$$\kappa(H_2O) = -9053(3) \cdot 10^{-9} -$$

объёмная диамагнитная восприимчивость воды при 25 °С [3]; $B_{\perp}$ – индукция определяемого магнитного поля, ориентированного перпендикулярно ориентации цилиндрического образца с водой.

Объёмную диамагнитную восприимчивость воды принято характеризовать отрицательным числом и в (1) её следует подставлять с отрицательным знаком. Физические параметры $\sigma(H_2O)$, $\kappa(H_2O)$ имеют температурную зависимость [4], которую

следует учитывать при прецизионных оценках индукции магнитного поля на уровне $\delta B/B \approx 10^{-8}$.

Метод, основанный на регистрации изменения добротности LC-контура (с применением прибора Ш1-9), имеет существенное ограничение по точности из-за присущей LC-генератору нестабильности частоты генерации. Магнитометры типа Ш1-9 сложно применять для тестирования магнитных полей индукцией менее 25 мТл, поскольку при типичных размерах образцов (высота заполнения цилиндрической ампулы $h \approx 10$ мм) амплитуда ЯМР-сигнала оказывается на уровне шумов электромагнитного фона.

Альтернативным способом регистрации ЯМР-сигналов является импульсный метод, при котором используются кварцевые генераторы и, соответственно, исключаются погрешности, характерные для ограниченной стабильности частоты LC-генераторов. Фазы ЯМР-сигналов когерентны с импульсами возбуждения, что позволяет суммировать сигналы и повышать таким образом отношение сигнал–шум. Если тестируемое магнитное поле стабильно во времени, то магнитометры импульсного типа позволяют выделять слабые сигналы при тестировании значительно более низких магнитных полей, когда фон электромагнитных помех может многократно превышать полезный ЯМР-сигнал однократного возбуждения.

Для оценки возможностей импульсного метода был изготовлен модельный ЯМР-магнитометр, работающий в импульсном режиме. Прибор позволяет накапливать ЯМР-сигналы до приемлемого отношения сигнал–шум (порядка 100:1), определять индукцию поля в цифровой форме и выводить результат на экран стандартного монитора. Погрешность прибора зависит от неоднородности магнитного поля. В настоящем исследовании образцом служила ампула с водой в виде цилиндра (внешний диаметр 5 мм), на который были намотаны витки катушки индуктивности (высота намотки 8 мм). Функциональная схема магнитометра представлена на рис. 1.

Прибор работает следующим образом. Сигналы свободной прецессии ЯМР после действия импульса возбуждения регистрируются входным резонансным контуром. Далее сигналы уси-

ливаются предварительным усилителем, и с использованием смесителя преобразуются в область промежуточной частоты (10 МГц). После усиления на промежуточной частоте сигналы преобразуются в область низких частот с помощью двух фазовых детекторов. Затем чётная и нечётная составляющие сигналов оцифровываются и записываются в память персонального компьютера ПК1. Управляющий ПК1 программно реализует формирование импульсов запуска, оцифровывает и суммирует ЯМР-сигналы, выполняет Фурье-преобразование числовых массивов и периодически, после формирования очередного импульса возбуждения и оцифровки сигнала, выводит на экран монитора накапливаемый сигнал. При этом оператор может визуально контролировать повышение отношения сигнал-шум на каждом этапе накопления цифровой информации, совмещать указатель шкалы частот с центром ЯМР-сигнала и определять индукцию магнитного поля в цифровой форме.

На рис. 2 более подробно показана схема модуля двух фазовых детекторов. Согласование низкоомных входов фазовых детекторов с выходом усилителя промежуточной частоты ПЧ было обеспечено с помощью двух буферных усилителей, собранных на микросхемах AD8091. Модуль содержит формирователь двух частот 10 МГц, имеющих сдвиг по фазе на 90° друг относительно друга. Для этого использован делитель частоты 40 МГц сигнала опорного кварцевого генератора. Делитель собран на микросхеме 74HC74. Сдвиг одной частоты 10 МГц на 90° относительно второй частоты реализуется на базе второй части той же микросхемы.

Модуль синтезатора частоты (см. рис. 1) основан на интегральной микросхеме AD9953 аналогично прибору, рассмотренному в [5]. Для варьирования диапазона измеряемого поля изменяют выходную частоту микросхемы AD9953, изменяя код управления этой микросхемой. Для этого служит компьютер ПК2 со специальным программным обеспечением. Две фазовые составляющие ЯМР-сигнала выделяются с помощью двух аналоговых ключей, собранных на двух микросхемах типа ADG884 (см. рис. 2). Выходные сигналы микросхем имеют чётную и нечётную составляющие ЯМР-сигнала на низкой частоте. Низкочастотные сигналы через LC-фильтры поступают на два амплитудных цифровых преобразователя. Оцифрованные сигналы записываются в память ПК1 и после каждого запускающего импульса поступают на монитор (рис. 3), на котором оператор контролирует как уровень электромагнитных шумов при однократном возбуждении, так и результат суммирования ЯМР-сигналов. Такой способ оказывается удобным, поскольку уровень внешнего шумового электромагнитного фона может существенно изменяться.

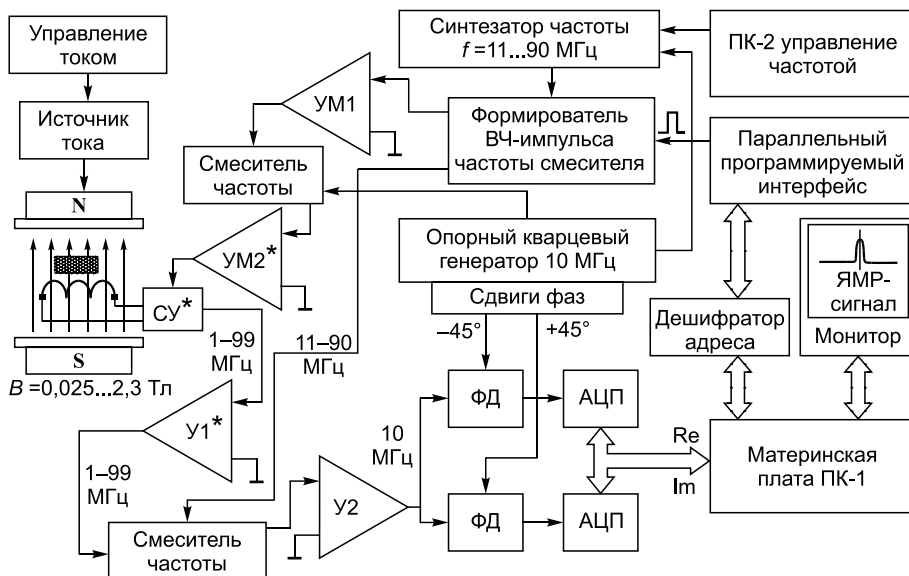


Рис. 1. Функциональная схема импульсного ЯМР-магнитометра:
СУ – согласующее устройство между резонансным контуром, выходом усилителя мощности импульса возбуждения и входом усилителя ЯМР-сигнала; УМ1, У1 – предварительные усилители импульса возбуждения и ЯМР-сигнала, соответственно; УМ2, У2 – усилители мощности импульса возбуждения и промежуточной частоты, соответственно; ФД – фазовый детектор; АЦП – амплитудный цифровой преобразователь; ПК1, ПК2 – персональные компьютеры; символом * обозначены сменные модули, обеспечивающие переход из одного измеряемого диапазона индукции магнитного поля в другой

Для примера представлен вариант суммирования $N_f=102$ сигналов в шкале частот, а также этот же сигнал после Фурье-преобразования (см. рис. 3). Отношение сигнал-шум сигнала составляет порядка 100:1, форма симметричная (его ширина равна половине высоты: $\delta\nu \approx 30$ Гц). Неопределённость установки

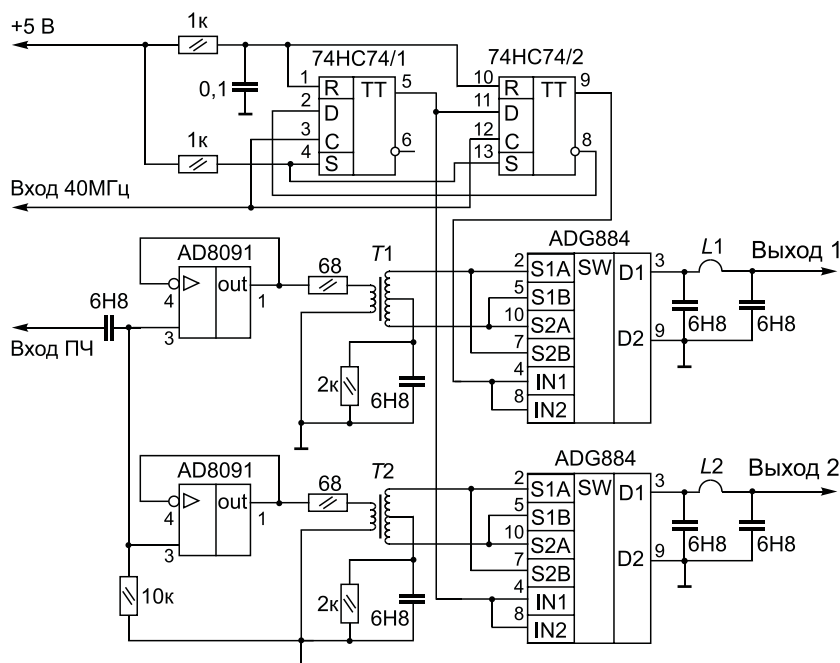


Рис. 2. Схема модуля фазовых детекторов для преобразования сигнала в область низких частот и для выделения двух составляющих ЯМР-сигнала:
ПЧ – промежуточная частота; Т1, Т2 – трансформаторы; L1, L2 – катушки индуктивности

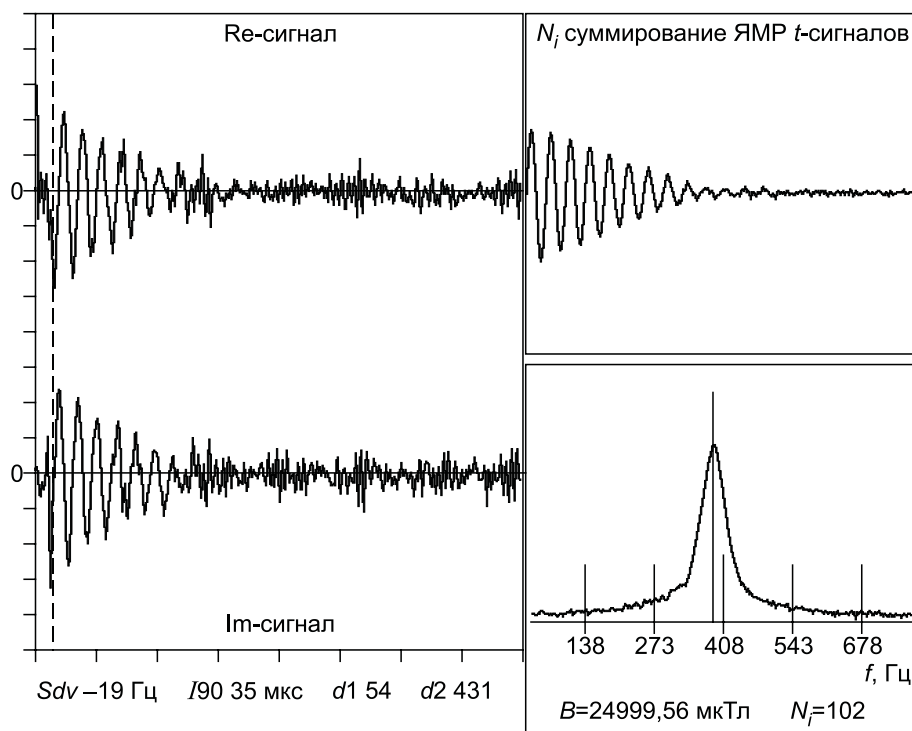


Рис. 3. Контроль отношения сигнал–шум: две составляющие ЯМР-сигнала, полученные в результате однократного возбуждения (левая часть); результаты суммирования N_f сигналов в шкалах времени и частот (правая часть)

Сравнение показаний разработанного импульсного магнитометра и прибора Ш1-9

Показания прибора, В/мкТл		Разность показаний	
разработанный магнитометр	прибор Ш1-9	абсолютная, В/мкТл	относительная
24997,11±0,05	24999±2	1,89±2,00	$7,6 \cdot 10^{-5} \pm 8,0 \cdot 10^{-5}$
24997,15±0,05	24997±2	-0,15±2,00	$-0,6 \cdot 10^{-5} \pm 8,0 \cdot 10^{-5}$
24997,72±0,05	25001±2	3,28±2,00	$13,1 \cdot 10^{-5} \pm 8,0 \cdot 10^{-5}$
25002,47±0,05	25005±2	2,53±2,00	$10,1 \cdot 10^{-5} \pm 8,0 \cdot 10^{-5}$
25005,90±0,05	25008±2	2,01±2,00	$8,0 \cdot 10^{-5} \pm 8,0 \cdot 10^{-5}$

указателя поля на экране монитора для магнитных полей индукцией $B \approx 25$ мТл была на уровне $\delta B \approx 0,05$ мкТл, откуда погрешность разработанного прибора: $\delta B/B \approx \pm 2 \cdot 10^{-6}$ для случая высокой симметрии ЯМР-сигнала, обусловленной однородностью тестируемого магнитного поля.

Было выполнено сравнение показаний разработанного импульсного магнитометра и прибора Ш1-9. Производителем Ш1-9 заявлена погрешность определения индукции магнитного поля не более 0,02 %. Оценена погрешность Ш1-9 в полях индукцией $B \approx 25$ мТл по шкале цифрового указателя. После прогрева прибора типичная неустойчивость показаний цифровой шкалы, связанная с нестабильностью работы LC-генератора, как правило, оказывается равной ± 2 единицы последней цифры. Следовательно, $\delta B/B = \pm 2/25000 = \pm 8 \cdot 10^{-5}$. При этом использовали магнитное поле неоднородностью $\delta B/B < 0,02$ % и образец с цилиндрической ампулой (высота заполнения около 10 мм). Результаты

одной типичной серии показаний разработанного импульсного магнитометра и прибора Ш1-9 представлены в таблице. Средняя разность показаний двух магнитометров составляет $(1,91 \pm 2,00)$ мкТл или $7,6 \cdot 10^{-5} \pm 8,0 \cdot 10^{-5}$. Такой результат вполне ожидаем, поскольку частота ЯМР обоих приборов в соответствии с (1) основана на фундаментальных физических константах.

Разработанный импульсный магнитометр обеспечивает прецизионное определение индукции магнитного поля. С этой целью цифровые массивы магнитометра (действительные и мнимые части ЯМР-сигнала), после накопления и предварительного анализа на ПК1 запоминаются и передаются на ПК2 для осуществления математического анализа симметрии формы ЯМР-сигнала по методике, приведённой в [2, 5]. Одновременно вычисляется более точное положение ЯМР-сигнала на частотной шкале. Если симметрия формы ЯМР-сигнала подтверждается и отношение сигнал–шум составляет порядка 100:1, то положение ЯМР-сигнала на частотной шкале определяется, как правило, с погрешностью не более 1 % ширины сигнала.

Разработанный прибор был испытан при тестировании магнитных полей индукцией от 8,5 до 25 мТл, причём погреш-

ность оценки магнитной индукции для этого диапазона составила единицы шестого знака. Неопределённость результатов измерений таких магнитометров импульсного типа существенно зависит от ширины сигнала. Например, в [2] представлен спектр ЯМР-сигнала шириной 0,8 Гц от ампулы с водой, и в этом случае погрешность измерения индукции магнитного поля была не более 10^{-8} .

Л и т е р а т у р а

1. Mohr P. J., Newell D. B., Taylor B. N. CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants. : 2014 // Rev. Modern Physics. 2016. V 88.
2. Neronov Yu. I., Seregin N. N. Precision determination of the difference in shielding by protons in water and hydrogen and an estimate of the absolute shielding by protons in water // Metrologia. 2014. V. 51. P. 54–60.
3. Mohr P. J., Taylor B. N. CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical constants: 1998. // Rev. Modern Physics. 2000. V. 72. No. 2. P. 384.
4. Неронов Ю. И. Определение температурной зависимости экранирования протонов воды и способ оценки температуры живых тканей // Измерительная техника. 2016. № 1. С. 67–71.
5. Неронов Ю. И., Серёгин А. Н. Разработка ЯМР-спектрометра для прецизионного определения отношения частот резонанса ядер // Измерительная техника. 2010. № 8. С. 65–70.

Дата принятия: 07.07.2016.