

А. П. САМИЛА, д. ф.-м. н. А. Г. ХАНДОЖКО, В. А. ХАНДОЖКО

Украина, г. Черновцы, ЧНУ имени Юрия Федьковича;  
г. Киев, Телерадиокомпания «НБМ»  
E-mail: asound@ukr.net,

Дата поступления в редакцию  
08.06 2010 г.

Оппонент д. т. н. С. М. СМОЛЬСКИЙ  
(ИРЭ МЭИ, г. Москва)

## АВТОДИННЫЙ СПЕКТРОМЕТР ЯДЕРНОГО КВАДРУПОЛЬНОГО РЕЗОНАНСА С РАВНОМЕРНОЙ ЧАСТОТНОЙ ШКАЛОЙ

*Разработана схема для линейаризации частотной развертки автодинного спин-детектора ЯКР, а также схема для калибровки спектров, формирующая «масштабную линейку» из частотных меток с интервалом 10 и 100 кГц.*

Метод ядерного квадрупольного резонанса (ЯКР) является одним из тонких и наиболее точных методов исследования структуры и химического состава веществ [1]. Он основан на поглощении электромагнитной энергии за счет смены ориентации квадрупольных моментов ядер в неоднородном электрическом поле, созданном внешними по отношению к ядру зарядами.

При использовании метода ЯКР, информацию о параметрах исследуемого образца получают из резонансных частот, формы резонансных спектров, их мультиплетности.

В силу того, что сигналы поглощения в ЯКР, как правило, слабы и легко могут быть подавлены шумами усилительных трактов, к аппаратуре наблюдения предъявляются высокие технические требования. Спектрометр должен охватывать широкий частотный

диапазон и не должен вносить большие искажения формы резонансных линий. Влияние аппаратурных факторов на отображение формы последних подробно рассмотрено в [2].

При разработке автодинных спиновых детекторов ядерного квадрупольного резонанса возникает задача линейаризации развертки частоты ЯКР [3].

Авторами был исследован стационарный радиоспектрометр ЯКР, датчиком сигнала в котором служит спин-детектор, выполненный по модифицированной схеме Паунда–Найта [4, 5]. Рассмотрим функциональную схему входной цепи автодинного спин-детектора ЯКР (рис. 1) [6]. Частота генерируемых колебаний определяется, в основном, индуктивностью  $L1$  и емкостью  $C1$  параллельного колебательного контура, а также параметрами элементов высокочастотной обратной связи.

Сканирование частоты автогенератора в области резонанса осуществляется с помощью варикапа  $VD1$ , нелинейность вольт-фарадной характеристики которого приводит к изменению линейности частотной шкалы и, соответственно, к искажению резонансных спектров. Зависимость резонансной частоты высокочастотного напряжения на  $LC$ -контуре от уровня обратного напряжения на варикапе  $VD1$  показана на рис. 2.

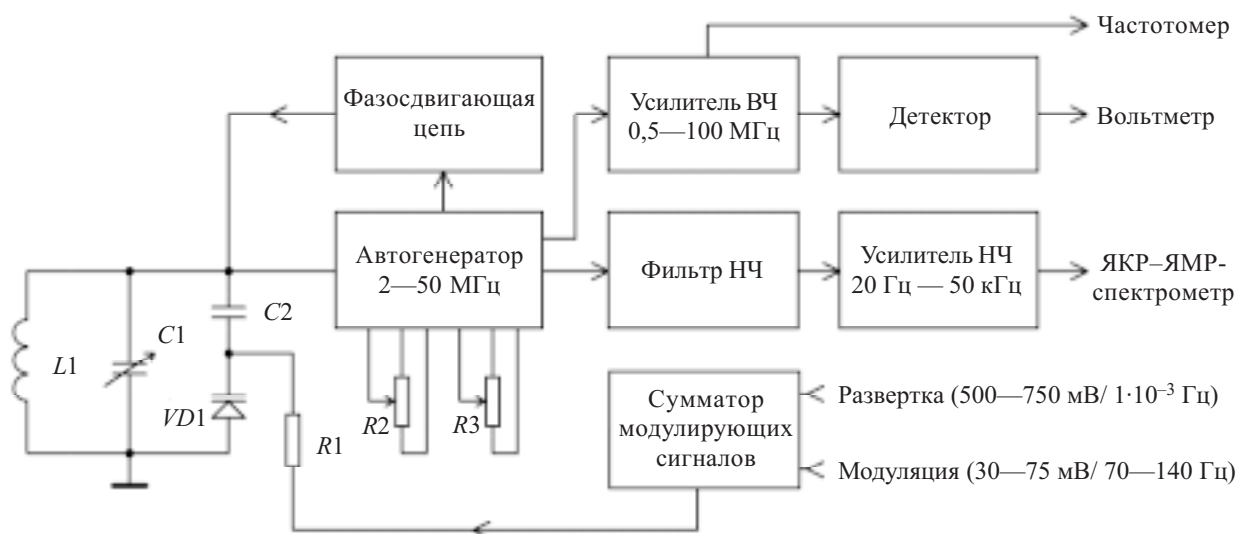


Рис. 1. Функциональная схема автодинного спин-детектора ЯКР

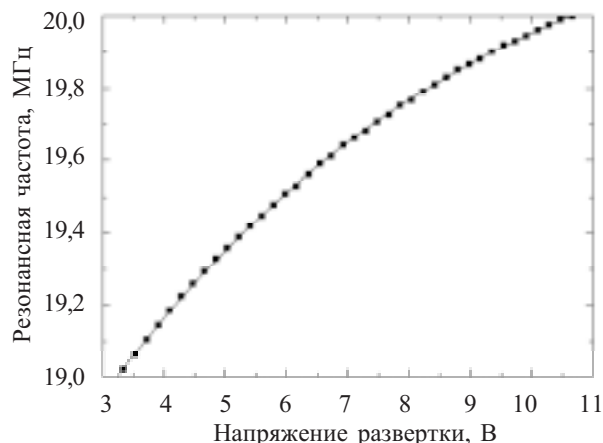


Рис. 2. Зависимость резонансной частоты на LC-контуре от уровня напряжения развертки

Одним из вариантов решения этой проблемы является прямая синхронизация частоты автодина внешним эталонным генератором [7]. Недостатком такого метода является малая область «захвата» синхронизирующей частоты и снижение чувствительности спин-детектора. Расширение диапазона «захвата» при сохранении высокой чувствительности в автодинном датчике возможно при использовании фазовой автоподстройки частоты (ФАПЧ).

В настоящей работе для линейаризации частотной развертки предлагается использовать привязку частоты автодина к частоте внешнего эталонного генератора с помощью фазового детектора.

**Схемотехническая реализация задачи**

Системы ФАПЧ предназначены для слежения за фазой входного сигнала [8, 9]. Область их применения достаточно широка. Такие системы применяются в радиопередающей и радиоприемной аппаратуре при демодуляции сигналов и т. п. В общем случае результатом работы системы ФАПЧ является обеспе-

чение постоянства фазового сдвига между входным сигналом и сигналом, вырабатываемым опорным генератором.

Структурная схема устройства ФАПЧ приведена на рис. 3. В качестве внешнего эталонного источника колебаний используется микросхема 74НС/НСТ4046А [10], основой которой является генератор частот, управляемый напряжением (ГУН).

Колебания высокой частоты автодина в диапазоне  $F1—F2$  (в нашем случае 19—22 МГц) подаются на делитель частоты с коэффициентом деления  $N = 100$  и далее на вход фазового детектора (вывод 3 микросхемы). Опорное напряжение для фазового детектора (ФД) (вход 14) формируется ГУН, средняя частота которого, фактически, определяется выбранной частотой автодина  $(F1—F2)/N$ . Эта величина составляет порядка 210 кГц и задается емкостью конденсатора  $C1$ , подключенного к контактам 6, 7 микросхемы.

Фазовый детектор, функционально входящий в состав интегральной микросхемы, предназначен для преобразования величины фазового сдвига между сигналами с автодина и ГУН в напряжение  $u_d(t)$ :

$$u_d(t) = [u_r(t) + u_c(t)]^2 - [u_r(t) - u_c(t)]^2 = 4u_r(t)u_c(t). \tag{1}$$

Здесь  $u_c(t)$  — входной сигнал с изменяющейся фазой,  $u_c(t) = U_1 \sin[\omega t + \varphi_c(t)]$ ;  $u_r(t)$  — опорный сигнал с ГУН,  $u_r(t) = U_2 \cos[\omega t + \varphi_r(t)]$ .

На основании формулы (1) фазовый детектор можно рассматривать как перемножитель сигналов  $u_c(t)$  и  $u_r(t)$ . Поэтому выходное напряжение представим в виде

$$u_d(t) = 4U_1 \sin(\omega t + \varphi_c(t)) \cdot U_2 \cos(\omega t + \varphi_r(t)) = 2U_1 U_2 [\sin(2\omega t + \varphi_c(t) + \varphi_r(t)) + \sin(\varphi_c(t) - \varphi_r(t))]. \tag{2}$$

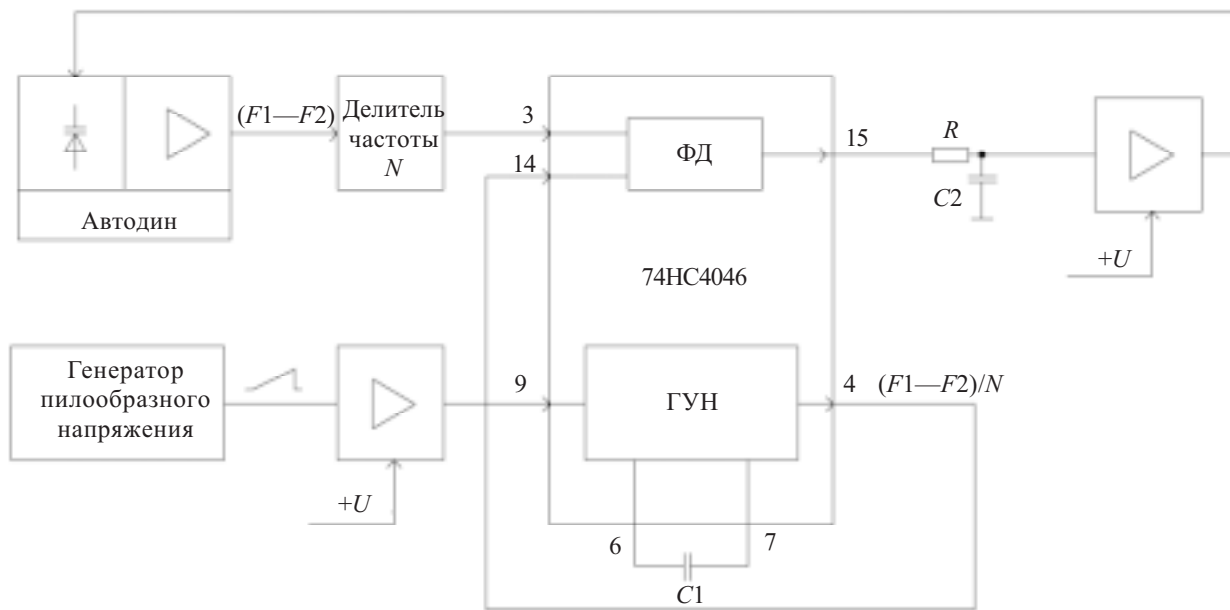


Рис. 3. Структурная схема ФАПЧ автодинного спинного детектора

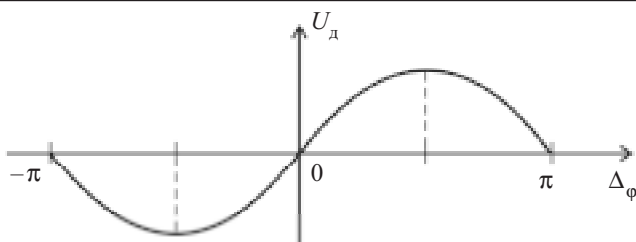


Рис. 4. Дискриминационная кривая фазового детектора

Управление опорной частотой осуществляется генератором пилообразного напряжения, которое через блок дополнительного смещения (+U), подается на вход управления ГУН (вывод 9 микросхемы).

Из формулы (2) следует, что выходное напряжение фазового детектора содержит медленно изменяющуюся составляющую, пропорциональную величине фазового сдвига  $\Delta\varphi(t) = \varphi_c(t) - \varphi_r(t)$ . После ее выделения фильтром низкой частоты (ФНЧ) достигается соответствие между постоянной составляющей  $u_d(t)$  выходного напряжения ФНЧ и величиной фазового сдвига  $\Delta\varphi(t) < \pi/2$ . На рис. 4 показана такая зависимость. Участок от  $-\pi/2$  до  $\pi/2$  описывается выражением

$$u_d(t) = k_d \sin \Delta\varphi(t), \quad (3)$$

где  $k_d = 2U_1 U_2$  — коэффициент передачи фазового детектора.

С выхода фазового детектора (вывод 15) управляющее напряжение через ФНЧ и согласующий усилитель поступает на варикап автодина. ФНЧ реализуется путем подключения к выходу 15 (см. рис. 3) дополнительного конденсатора C2. При этом фазовый детектор рассматривается как апериодическое звено с передаточной функцией

$$H_d(p) = \frac{k_d}{1 + pT_d}, \quad (4)$$

где  $T_d$  — постоянная времени фазового детектора.

Образованная цепь обратной связи реализует фазовую подстройку частоты автодинного генератора и тем самым осуществляет слежение за частотой ГУН. Если входное напряжение  $u_c(t)$  поддерживается на постоянном уровне [10], то максимальная девиация частоты выходного сигнала ГУН не превышает 1%. Таким образом осуществляется не прямое управление частотой автодинного спин-детектора с использованием внешнего эталонного генератора.

### Формирование частотного масштаба

При использовании стационарной методики наблюдения ЯКР резонансные спектры записываются в частотной шкале (ось x). Для автоматической градуировки спектров разработана схема, которая позволяет наносить частотные метки прямо во время записи резонансного спектра. Создание «масштабной частотной линейки» в ЯКР особенно необходимо при регистрации сложных мультиплетных спектров, а использование двухканальных цифровых осциллографов позволит представить результаты наблюдения в удобной форме.

Схема для формирования частотных меток в диапазоне 20 МГц показана на рис. 5. Для формирования частотных меток в широком диапазоне частот на первый вход (вывод 1) ключевой схемы 74НС4066 поступают высокочастотные колебания от автодинного генератора (10—50 МГц), а на второй вход (вывод 13) — короткие импульсы (10—50 нс) с выбранной частотой повторения (100, 10 кГц). В результате смешивания частоты автодина и гармоник коммутирующих импульсов на выходе (вывод 2) возникают биеения, из которых цепью R1C2 и элементами VD1, VD2, C1, R2 формируется однополярный импульс — частотная метка. На рис. 6 показана осциллограмма сигнала на выходе формирователя меток после детектирования на VD1.

На рис. 7 показана полная электрическая принципиальная схема формирователя частотного масштаба спектров ЯКР. Основой для создания гармоник, кратных 10 и 100 кГц, в широком частотном диапазоне (до 60 МГц) служат колебания частотой 100 кГц, генерируемые кварцевым генератором.

Частоты 10 кГц получают, используя делитель частоты на микросхеме DD1. Колебания опорной частоты в форме меандра поступают на формирователь коротких импульсов (10—50 нс) на DD2.1 и DD2.2. Длительность импульса устанавливается экспериментально подстроечным конденсатором емкостью 3—15 пФ. Сформированные ряды меток с интервалом 10 и 100 кГц поступают на интегрирующие усилители «Rail-to-Rail» DA4 и DA5. Это позволяет согласовать выходные уровни напряжения формирователя меток со входом DD4.1 и DD4.2. Кроме того, усилители на DA4 и DA5 дополнительно осуществляют фильтрацию сигнала от высокочастотных и шумовых компонент. Триггеры DD4.1 и DD4.2, на выходе ко-

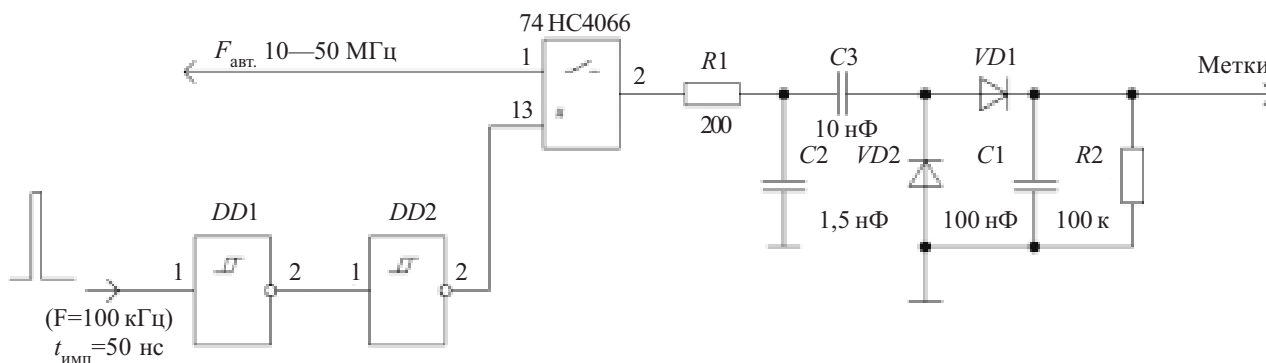


Рис. 5. Принцип формирования частотных меток

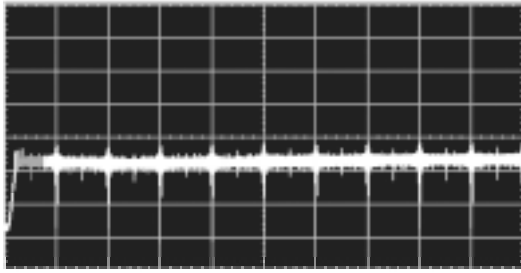


Рис. 6. Осциллограмма сигнала на выходе *VD1* (см. рис. 5)

которых формируется смесь меток 10 и 100 кГц, служат для более четкого выделения меток. Для удобства визуального восприятия «линейки» частотная метка 100 кГц выделена за счет увеличения ее амплитуды.

При сканировании частоты ЯКР в широком диапазоне (больше 100 кГц) проявляется изменение уровня колебаний ВЧ автодинного генератора, что, в свою очередь, может повлиять на качество формирования частотных меток. Для создания постоянных и одинаковых условий формирования меток при разных частотах автодина применен масштабный усилитель (рис. 7), главная роль которого — поддержание постоянного заданного уровня ВЧ-колебаний на входе формирователя.

Основой схемы служит усилитель на микросхеме *DA1* с переменным коэффициентом усиления. Регулировка усиления *DA1* осуществляется через обратную связь с выходного буферного усилителя на микросхеме *DA2* и усилителя *DA3*, который задает уровень ВЧ-колебаний.

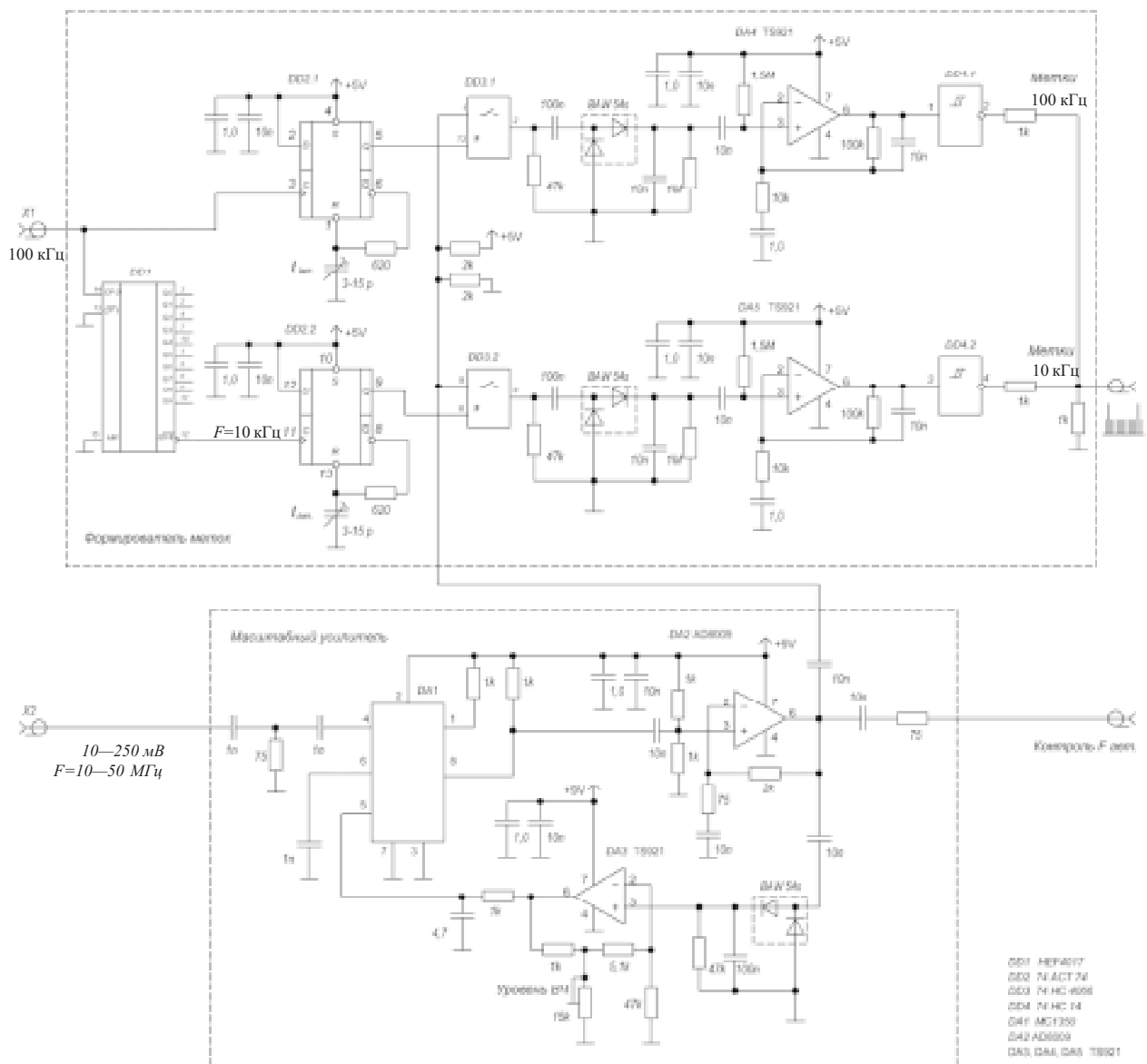


Рис. 7. Полная принципиальная электрическая схема формирователя «масштабной частотной линейки» для спектров ЯКР

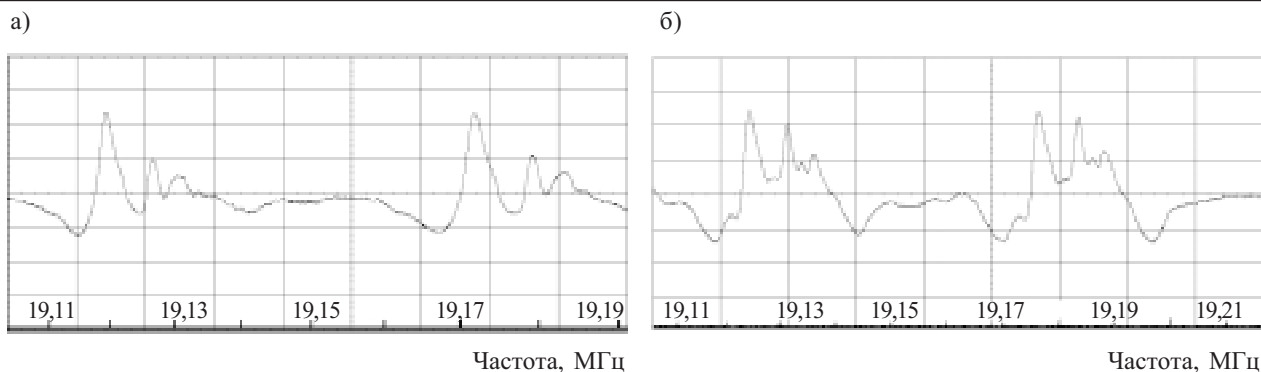


Рис. 8. Экспериментальные спектры ЯКР изотопов  $^{69}\text{Ga}$  в GaSe без линейаризации развертки по частоте (а) и с использованием линейаризации (б)

На рис. 8 показаны спектры ЯКР без линейаризации частотного сканирования и с включением блока слежения за частотой (линейаризации спектра по координате  $x$ ) с нанесенными метками. При регистрации спектров ЯКР удобно использовать цифровые осциллографы, работающие в режиме самописца. Для удобства наблюдения спектров резонансные кривые совмещены с частотной шкалой меток. Устройства испытывались во время записи сложных мультиплетных спектров ЯКР изотопов  $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{115}\text{In}$  в слоистых кристаллах GaSe и InSe при определении констант квадрупольного взаимодействия.

\*\*\*

Разработанная схема позволяет линейаризировать развертку частоты генераторов с применением варикапов независимо от вида их вольт-фарадной характеристики.

Применение системы ФАПЧ позволяет регистрировать спектры без искажения в диапазоне частот 19—22 МГц. Предложенное техническое решение можно использовать при разработке устройств для измерения амплитудно-частотных характеристик, работающих в избранном частотном диапазоне.

#### ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Вилков П. В., Пентин Ю. А. Физические методы исследования в химии. Резонансные и электрооптические методы.— М.: Высшая школа, 1989.
2. Гречишкин В. С. Ядерные квадрупольные взаимодействия в твердых телах.— М.: Наука, 1973.
3. Sevcovic L. An improved CW NMR broad-line spectrometer for weak signal detection // Acta Electrotechnica et Informatica.— 2006.— Vol. 6, N 4.— P. 42—45.
4. Яценко А. В., Евдокимов С. В. Датчик сигналов ЯМР для исследования веществ с большим значением T1 // ПТЭ.— 2003.— № 1.— С. 64—66.
5. Stoican O. S. NQR detection setup // Romanian Journal of Physics.— 2006.— Vol. 51, N 1—2.— P. 311—315.
6. Браїловський В. В., Саміла А. П., Хандожко О. Г. Автодинний давач сигналів ЯКР та ЯМР// Сенсорна електроніка і мікросистемні технології.— 2010.— № 1.— С. 20—24.
7. Демьянченко А. Г. Синхронизация генераторов гармонических колебаний.— М.: Энергия, 1976.
8. Первачев С. В., Валуев А. А., Чиликин В. М. Статистическая динамика радиотехнических следящих систем.— М.: Сов. радио, 1973.
9. Шахгильдян В. В., Ляховкин А. А. Фазовая автоподстройка частоты.— М.: Связь, 1966.
10. [www.nxp.com/documents/data\\_sheet/74HC\\_HCT4046A\\_CNv.pdf](http://www.nxp.com/documents/data_sheet/74HC_HCT4046A_CNv.pdf).

#### НОВЫЕ КНИГИ

#### НОВЫЕ КНИГИ

Ефименко А. А., Симонов В. В. Конструирование электронных средств. Механические структуры: Справочник (на украинском языке.) — Одесса: Политехперіодика, 2009.— 548 с.

Справочник содержит широкую техническую информацию, которая поможет упорядочить и облегчить процесс конструирования деталей и сборочных единиц механических структур электронных средств. Это технологические требования, сведения о шероховатости и отклонениях формы и расположения поверхностей, о механических разъёмных и неразъёмных соединениях, обеспечении взаимозаменяемости, конструкционных материалах и покрытиях. В справочнике также имеются различные общие сведения, необходимые конструктору.

Справочник предназначен для инженеров электронного аппаратостроения, вместе с тем он может быть полезен студентам соответствующих специальностей технических вузов при курсовом и дипломном проектировании.

