

PACS: 76.30.-v

Н.Н. Кабдин

СУПЕРГЕТЕРОДИННЫЙ РАДИОСПЕКТРОМЕТР X-ДИАПАЗОНА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ЭПР ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
83114, г. Донецк, ул. Р. Люксембург, 72

Статья поступила в редакцию 15 января 1999 года

Даны описание и структурная схема супергетеродинного радиоспектрометра X-диапазона для проведения исследований методом ЭПР под давлением. Радиоспектрометр снабжен астатической системой автоподстройки частоты, системами стабилизации резонансных условий и подавления синхронных наводок. Диапазон регулирования температуры на образце от 77 до 350 К.

Разработан радиоспектрометр 3-сантиметрового диапазона, предназначенный для исследований ЭПР под давлением.

Радиоспектрометр выполнен по супергетеродинной схеме с отражательным измерительным резонатором и регистрацией первой производной спектра посредством модуляции эффекта ЭПР гармоническим магнитным полем. Как известно, такая схема является наиболее распространенной и позволяет реализовать высокую чувствительность радиоспектрометра [1].

Структурная схема радиоспектрометра приведена на рисунке. Работа радиоспектрометра заключается в следующем. Микроволновая мощность, генерируемая отражательным клистроном 1, через ферритовый вентиль 3 и аттенюатор 4 попадает на балансный СВЧ-мост, выполненный в виде гибридного кольца 5. Отражательный клистрон включен по схеме с заземленным катодом, позволяющей существенно упростить схему автоматической подстройки частоты (АПЧ) клистрона [2]. Гальваническая развязка резонатора клистрона, находящегося при этом под высоким (до 500 В) потенциалом, от волноводного тракта радиоспектрометра осуществляется изолирующей слюдяной прокладкой 2. В плече А балансного моста СВЧ-мощность разветвляется. Часть ее попадает в плечо В, в котором находятся аттенюатор и короткозамыкающий поршень 7. Другая часть мощности через согласователь 6 попадает в объемный цилиндрический измерительный резонатор 8. Последний имеет органы настройки по частоте. В пучности высокочастотного магнитного поля, возбуждаемого в резонаторе, помещается исследуемый образец. Измерительный резонатор представляет собой контейнер для создания высокого гидростатического давления, конструкция которого подробно описана в [3]. Резонатор размещается в азотно-гелиевом криостате 9, расположенном в зазоре между полюсами электромагнита 10. Обмотки электромагнита намотаны медной шиной и охлаждаются проточной водой. Сопротивление обмоток при комнатной температуре составляет 0.4 Ω . Электромагнит имеет ось вращения и может вращаться относительно неподвижного резонатора на 360°. Отсчет поворота магнита производится по лимбу, расположенному на его основании. Такая конструкция электромагнита позволяет изучать угловые зависимости спектров ЭПР. Обмотки электромагнита подключены к системе стабилизации и развертки тока 11, которая представля-

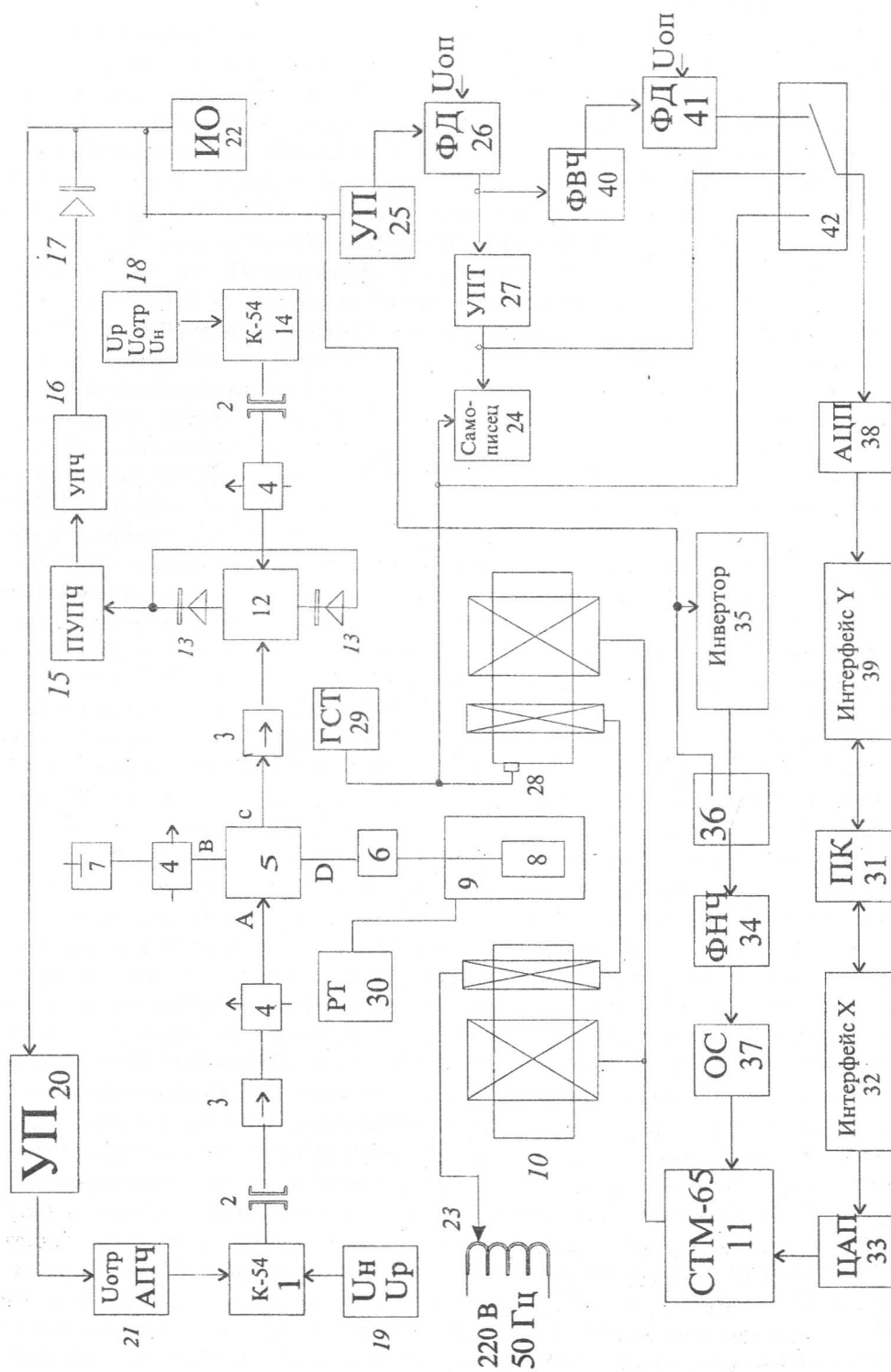


Рис. 1. Структурная схема супергетеродинного радиоспектрометра ЭПР Х-диапазона

ет собой систему авторегулирования с параллельной отрицательной обратной связью по току [4]. При максимальной выходной мощности стабилизатора 2.7 kW индукция магнитного поля электромагнита составляет 0.65 Т.

В отсутствие сигнала поглощения при балансе СВЧ-моста по амплитуде и фазе микроволновая мощность не поступает в плечо С, так как выполняется условие баланса СВЧ-моста. В момент прохождения резонансного значения магнитного поля парамагнитный образец начинает поглощать энергию, запасенную в резонаторе. При этом баланс СВЧ-моста нарушается и разбаланс мощности, величина которого пропорциональна величине поглощенной парамагнитным образцом энергии, поступает в плечо С моста 5. Далее сигнал поглощения через ферритовый вентиль 3 поступает на смеситель 12, состоящий из двойного СВЧ-тройника, в противоположных плечах которого включены в противофазе два кристаллических СВЧ-детектора 13. На смесительных диодах происходит преобразование входного сигнала и сигнала от гетеродина 14 в промежуточную частоту 60 МГц. Усиление на промежуточной частоте (ПЧ) осуществляется предварительным усилителем (ПУПЧ) 15, коэффициент усиления которого около двух. Затем сигнал усиливается основным УПЧ 16 с коэффициентом усиления 800. С усилителя сигнал поступает на амплитудный детектор 17, выделяющий огибающую СВЧ-сигнала. Она является результатом сигнала парамагнитного поглощения. В качестве смесителя 12 и усилителей ПЧ 15, 16 применен промышленный приемник типа П5-10. Гетеродин, выполненный на отражательном клистроне К-54, запитан от отдельного стабилизированного источника 18, в состав которого входят стабилизаторы напряжения накала, резонатора и отражателя клистрона. Гетеродинный клистрон, как и сигнальный, включен по схеме с заземленным катодом. Гальваническая развязка резонатора клистрона от волноводного тракта также осуществляется слюдяной прокладкой. Накал и резонатор сигнального клистрона запитаны от соответствующих стабилизаторов 19, выполненных аналогично стабилизаторам 18.

В данном радиоспектрометре применена система АПЧ клистрона 1 по рабочему резонатору [1]. Автоподстройка частоты клистрона осуществляется путем изменения напряжения на его отражателе астатической, с высоким быстродействием системой АПЧ [2]. Такая система была испытана и показала хорошие результаты в составе радиоспектрометра ЭПР 2-миллиметрового диапазона [5]. Система АПЧ реагирует на изменение частоты клистрона и стремится вернуть ее к первоначальному значению путем изменения напряжения на отражателе. Частота генерации клистрона сравнивается с резонансной частотой измерительного резонатора. При изменении частоты возникает сигнал ошибки, фаза которого определяется знаком расстройки частоты. Сигнал ошибки выделяется амплитудным детектором, усиливается предусилителем 20, детектируется фазовым детектором (ФД) системы АПЧ и подается на стабилизатор напряжения отражателя 21 таким образом, чтобы вернуть частоту клистрона к резонансной частоте измерительного резонатора. Полоса пропускания УП 20 от 100 до 500 кГц, поэтому сетевые низкочастотные помехи и наводки на вход системы АПЧ практически не поступают. ФД системы АПЧ выполнен по двухполупериодной схеме на токовых ключах, применение которых совместно с фазорасщепителем на операционных усилителях обеспечило высокий динамический диапазон ФД при максимальной амплитуде помех на его входе до 50 mV. В связи с этим отпала необходимость в узкополосном малошумящем предусилителе, что, в свою очередь, обеспечило высокую фазовую стабильность системы АПЧ. В результате отпала необходимость в подстройке фазы между опорным и входным сигналами ФД системы АПЧ. Опорное напряжение для коммутации ключей ФД в виде прямоугольных импульсов частотой следования 250 кГц и скважностью 2 вырабатывается задающим генератором прямоугольных импульсов системы АПЧ. Высокочастотная модуляция, необходимая для получения сигнала ошибки системы АПЧ, осуществляется напряжением, форма амплитуды которого близка к треугольной. Оно формируется путем подачи прямоугольных импульсов, сдвинутых по фазе относительно опорных (от того же генератора), на вход стабилизатора напряжения отражателя

клизотрона через дифференцирующую RC-цепочку. Широкая полоса пропускания предусилителя позволила достичь высокого быстродействия системы АПЧ. При несущей частоте 250 kHz коэффициент подавления помехи с частотой 50 Hz равен 1000. Это позволило существенно упростить конструкцию стабилизатора напряжения отражателя клизотрона и сделать его широкополосным. Система АПЧ остается устойчивой в широком диапазоне изменения мощности СВЧ в измерительном резонаторе. Глубина регулирования коэффициента усиления системы АПЧ не менее 70 dB.

Электромагнит снабжен дополнительными обмотками, на которые подается напряжение для модуляции магнитного поля. Модуляция осуществляется напряжением питающей сети 220 V, 50 Hz через лабораторный автотрансформатор (ЛАТР) 23. При этом на экране осциллографического индикатора 22 можно наблюдать сигнал ЭПР. В связи со специфической конструкцией измерительного резонатора, размещенного в толстостенном цилиндре из высокопрочного металла, способного без разрушения держать высокое гидростатическое давление, возникает эффект экранирования высоких частот модуляции стенками резонатора. Поэтому применить высокочастотную (100 kHz) модуляцию для регистрации ЭПР не представляется возможным. Для записи первой производной сигнала ЭПР автор применил метод синхронного детектирования также на частоте питающей сети 50 Hz, что позволило существенно упростить систему модуляции магнитного поля. Как показала длительная эксплуатация радиоспектрометра, такое решение совместно с эффективной системой АПЧ клизотрона позволило получить приемлемую для большинства задач чувствительность.

При регистрации производной сигнала ЭПР на двухкоординатном самопишущем потенциометре 24 сигнал с выхода детектора через малошумящий предварительный усилитель 25 поступает на ФД 26, выполненный, как и ФД канала системы АПЧ, на полевых транзисторных ключах. На выходе ФД включены перестраиваемый RC-фильтр и усилитель постоянного тока 27. Опорное напряжение на ФД 26 подается от вторичной обмотки понижающего трансформатора блока питания системы регистрации сигнала. Для повышения чувствительности радиоспектрометра путем подавления синхронных наводок кроме традиционного применен способ детектирования сигнала ЭПР, суть которого заключается в следующем [6]. Как известно, регистрация сигнала ЭПР сопровождается наличием специфических помех – синхронных наводок. Источниками таких помех являются магнитные наводки от катушек модуляции, сетевые помехи, а также взаимодействие вихревых токов (наводимых в резонаторе и подводящих волноводах переменным полем магнитной модуляции с поляризирующим магнитным полем), вызывающее механическую вибрацию стенок резонатора и волноводов. Это приводит к появлению паразитных сигналов на частоте модуляции. Нестационарность синхронной наводки приводит к увеличению шумов, к дрейфу нулевой линии канала регистрации радиоспектрометра, что, в свою очередь, снижает чувствительность радиоспектрометра. Однако ее можно повысить путем подавления синхронных наводок специальными методами. Для этого кроме традиционной гармонической модуляции магнитного поля, необходимой для регистрации производной сигнала ЭПР, магнитное поле дополнительно модулируют низкочастотными прямоугольными импульсами. Амплитуду этих импульсов разворачивают во времени от нулевого до максимального значения, при котором регистрируется весь сигнал ЭПР. Необходимые импульсы вырабатывает задающий генератор, который синтезирован в персональном компьютере 31 и через интерфейс 32 и ЦАП 33 подается на вход системы стабилизации и развертки магнитного поля. В этом случае сигнал ЭПР оказывается промодулированным дважды (гармоническим и прямоугольными сигналами). Поэтому в дальнейшем демодуляция осуществляется дважды. После первой демодуляции сигнал на выходе ФД 26 содержит переменную составляющую, пропорциональную полезному сигналу, и постоянную составляющую, пропорциональную величине синхронной наводки. Фильтр верхних частот 40 пропускает переменную низкочастотную составляющую и подавляет постоянную составляющую – синхронную наводку. Затем сигнал демодулируют второй раз

ФД 41 с RC-фильтром на его выходе, опорное напряжение на который подается от ПК через интерфейс 32. С выхода ФД 41 сигнал ЭПР через входной коммутатор 42 поступает на АЦП 38 и через интерфейс 39 на обработку в ПК 31.

При проведении исследований температурной зависимости спектров ЭПР происходит расстройка измерительного резонатора по частоте из-за изменения его геометрических размеров. Также в режиме накопления сигнала с целью повышения чувствительности радиоспектрометра используется способ стабилизации резонансных условий [7]. Суть способа заключается в том, что осуществляется отрицательная обратная связь по сигналу отклонения от резонансных условий и развертки поляризирующего магнитного поля по исследуемому либо эталонному образцу, который размещен вместе с исследуемым. Система стабилизации резонансных условий работает следующим образом. Развертку магнитного поля осуществляют периодическими пилообразными импульсами, амплитуда которых превышает ширину линии поглощения сигнала ЭПР. Эти импульсы генерируются персональным компьютером 31 и через интерфейс 32 поступают на ЦАП канала развертки 33. Выход ЦАП подключен к соответствующему входу системы стабилизации и развертки магнитного поля. С выхода детектора 17 сигнал ЭПР поступает на вход усредняющего устройства 34, выполненного в виде фильтра низких частот. Усреднение периодически повторяющегося сигнала ЭПР происходит таким образом, что в первую часть периода развертки (от начала развертки до ее текущего значения, соответствующего максимальному значению амплитуды сигнала ЭПР) сигнал подают непосредственно на вход усреднителя 34, а в оставшуюся часть периода – через инвертор 35. Такая прерывистая подача сигнала осуществляется коммутатором 36, работа которого синхронизирована импульсами, вырабатываемыми генератором развертки магнитного поля в персональном компьютере. Сигнал ошибки с выхода усредняющего устройства через цепь обратной связи 37 подается на вход автоподстройки поля (АПП) системы стабилизации магнитного поля в такой полярности, чтобы обеспечить отрицательную обратную связь по отклонению от резонанса. При этом обеспечивается стабилизация сигнала ЭПР относительно заданного мгновенного значения пилообразной периодической развертки магнитного поля. Применение пилообразной периодической развертки большой амплитуды позволило не только стабилизировать резонансные условия, но и осуществить наблюдение сигнала ЭПР на экране осциллографа и реализовать возможность его накопления в накопителе.

Изменение температуры исследуемого образца осуществляется регулятором температуры 30. Медный датчик температуры из состаренного эмалированного провода включен в плечо измерительного моста, в противоположное плечо которого включен высокоточный магазин сопротивлений. Измерительный мост запитан от генератора стабильного тока. В диагональ моста включен дифференциальный усилитель, к выходу которого подключен формирователь закона регулирования (ФЗР) и выходной усилитель мощности. Выход усилителя нагружен на манганиновый нагреватель. Медный датчик температуры и манганиновый нагреватель через изоляционные прокладки намотаны поверх измерительного резонатора. Регулятор температуры представляет собой ПИД-регулятор с регулируемыми коэффициентами пропорциональности, интегрирования и дифференцирования. Эти коэффициенты подбираются при настройке системы регулирования температуры, обеспечивая минимальное время выхода регулятора в режим стабилизации температуры без перерегулирования. Применение магазина сопротивления позволило реализовать дискретность задания температуры 0.1 К. Точность стабилизации температуры не хуже 0.1 К. Измерение температуры осуществляется путем измерения напряжения на потенциальных выводах медного датчика температуры, измерительный ток которого составляет 1 мА. Поэтому сопротивление датчика температуры пропорционально напряжению в милливольтках. Пересчет в температуру осуществляется по градуировочной таблице.

При проведении автоматизированной регистрации спектров ЭПР сигнал с датчика Холла 28 о текущем значении магнитного поля через входной коммутатор 42, АЦП 38

и интерфейс 39 подается в ПК 31 для последующей обработки. Датчик Холла 28 запитан от генератора стабильного тока 29.

Функциональные возможности радиоспектрометра могут быть расширены путем применения измерительного резонатора другого типа. При этом все системы и узлы радиоспектрометра остаются неизменными.

1. Ч. Пул, Техника ЭПР-спектроскопии, Мир, Москва (1970).
2. Н.Н. Кабдин, В.Н. Соленьий, В.Е. Черкесов, ПТЭ № 6, 201 (1987).
3. Г.Н. Нейло, А.Д. Прохоров, Препринт ДонФТИ-87-5(125), Донецк (1987).
4. Н.Н. Кабдин, ФТВД 10, (2000) (в печати).
5. Н.Н. Кабдин, Автореф. дисс. ... канд. техн. наук, ДСП, Донецк (1988).
6. Н.Н. Кабдин, Л.Г. Оранский, А.М. Небожик, Ю.Г. Петров, А.с. № 741133 (51)М.Кл.² G 01 N 27/78. Оpubл. 15.06.80. Бюл. № 22.
7. Н.Н. Кабдин, Л.Г. Оранский, В.И. Курочкин, А.М. Небожик, Я.С. Лебедев, О.Я. Гринберг, А.с. № 894508 (51)М.Кл.³ G 01 N 24/10. Оpubл. 30.12.81, Бюл. № 48.

N.N. Kabdyn

SUPERHETERODYNE X-BAND RADIO SPECTROMETER FOR STUDYING EPR UNDER PRESSURE

The paper gives a description and a block diagram of the superheterodyne X-band radio spectrometer intended for researches by the EPR method under pressure. The spectrometer utilizes the astatic system of AFC circuit, the systems for the resonance condition stabilization and suppression of synchronous induction. Temperature of the sample is controlled in the range from 77 to 350 K.

Fig. Block diagram of the superheterodyne X-band EPR radio spectrometer