
ЭЛЕКТРОННЫЕ И ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ УСТРОЙСТВА

УДК 53.082

В. В. ДАВЫДОВ, В. И. ДУДКИН, А. Ю. КАРСЕЕВ

ИЗМЕРЕНИЕ СЛАБЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ НУТАЦИОННЫМ ЯДЕРНО-МАГНИТНЫМ МАГНИТОМЕТРОМ НА ТЕКУЩЕЙ ЖИДКОСТИ

Рассмотрен метод измерения слабых магнитных полей нутационным ядерно-магнитным магнитометром на текущей жидкости. Экспериментально и теоретически определены технические требования как к элементам конструкции самого магнитометра, так и к параметрам текущей жидкости. Экспериментально исследованы рабочие жидкие среды, на наиболее перспективных опробована работа измерительного зонда магнитометра. Определены направления совершенствования разработанного магнитометра и улучшения его точностных характеристик.

Ключевые слова: магнитное поле, намагниченность, линия нутации, время продольной релаксации T_1 , время поперечной релаксации T_2 , отношение сигнал/шум.

Прецизионные измерения слабых магнитных полей составляют быстро развивающийся раздел метрологии, находящий множество вариантов применения как в фундаментальных, так и прикладных исследованиях [1, 2]. К магнитометрам, применяемым в этих измерениях, предъявляют очень высокие требования по точности. Это связано с тем, что измерения магнитной индукции в большинстве случаев (пример — магнитные навигационные системы, геофизика и т.д.) производятся в полях, близких к полю Земли ($B_3 = 31—56$ мкТл), а в некоторых случаях значительно ниже их [1, 3, 4].

Для проведения измерений используются различные типы магнитометров (протонные, СКВИД, феррозондовые, цезиевые с оптической накачкой, нутационные ядерно-магнитные на проточной жидкости), каждый обладает своими достоинствами и недостатками, которые определяют возможность применения при решении конкретных задач [5—7]. Наиболее широко используются квантовые магнитометры [1, 5].

Существует небольшой круг задач, для которых необходимо измерять слабое магнитное поле с высокой точностью в диапазоне 10—1000 нТл. В космическом пространстве (100—1000 нТл) успешно применяется ханле-магнитометр, но он непригоден для работы при индукции $B < 100$ нТл, поскольку измерения осуществляются в пределах ширины линии регистрируемого оптического сигнала на атомах Rb-87 [8—10]. Кроме того, размеры его датчика (цилиндр, более 15 см в длину и 9 см в диаметре) накладывают ограничения на использование при контроле качества ферромагнитных экранов (размером от 10 см до нескольких метров по трем измерениям: экранированная комната для измерения магнитных полей биологических объектов) с коэффициентом экранирования $10^{-4}—10^{-5}$.

Конструктивные особенности феррозондовых магнитометров [2, 7] не позволяют с необходимой точностью проводить контроль качества экранов в лаборатории вследствие большого числа различных помех.

Калиевые магнитометры, обладающие высочайшими метрологическими характеристиками и устойчивостью к помехам [1], использовать нецелесообразно, так как их габариты (минимальные $15 \times 20 \times 8$ см) позволяют измерить магнитное поле только в одной или нескольких точках, где расположена ячейка.

Одним из возможных решений этой задачи является использование проточного нутационного ядерно-магнитного (ЯМР) магнитометра, обладающего высокой точностью (индукция магнитного поля определяется по частоте ядерного резонанса), не нуждающегося в градуировке и простого в эксплуатации [7, 11, 12]. Высокие метрологические характеристики позволили использовать его в качестве первичного [13] и вторичного [14] средства измерения магнитной индукции. На основе нутационного тесламетра [15] был создан государственный специальный эталон единицы магнитной индукции [16].

В настоящей статье представлен нутационный ЯМР-магнитометр на проточной жидкой среде для измерения магнитных полей с индукцией $10\text{—}1000$ нТл внутри ферромагнитных экранов.

Структурная схема разработанного нутационного ЯМР-магнитометра представлена на рис. 1 (1 — помпа; 2 — магнит-поляризатор; 3 — сосуд-поляризатор; 4 — катушка нутации; 5 — объем катушки нутации; 6 — соединительный участок трубопровода; 7 — сосуд-анализатор; 8 — катушка модуляции; 9 — магнит-анализатор; 10 — катушка регистрации; 11 — устройство регистрации сигнала ЯМР; 12 — осциллограф; 13, 14 — радиочастотные генераторы; 15 — частотомер). Жидкость от помпы 1 по трубопроводу поступает в сосуд-поляризатор 3, расположенный в магнитной системе 2, создающей сильное магнитное поле в зазоре между полюсными наконечниками $d_n = 15$ мм с индукцией $B_n = 0,67$ Тл ($H_n = 533\ 165$ А/м), где она намагничивается до $M_n = \chi_0 B_n$ (χ_0 — статическая ядерная магнитная восприимчивость). Далее жидкость по соединительному участку трубопровода 6 поступает в катушку нутации 4, где под действием резонансного переменного радиополя H_1 изменяется ориентация вектора намагниченности ядерных моментов M_n относительно направления постоянного магнитного поля H_n [7, 8]. Это изменение соединительного участка трубопровода фиксируется катушкой регистрации сигнала ЯМР 10 (располагается в поле магнита-анализатора с $B_a = 0,132$ Тл с неоднородностью $0,8 \cdot 10^{-3}$ см $^{-1}$, расстояние между полюсами $d_a = 10$ мм) — элементом высокочастотного генератора слабых колебаний (автодина), входящего в состав устройства регистрации 11 [17—19]. Сигнал ЯМР поступает в цифровой блок обработки сигнала, осуществляющий его накопление, это позволяет проводить измерения при отношении сигнал/шум 1,2 [19, 20].

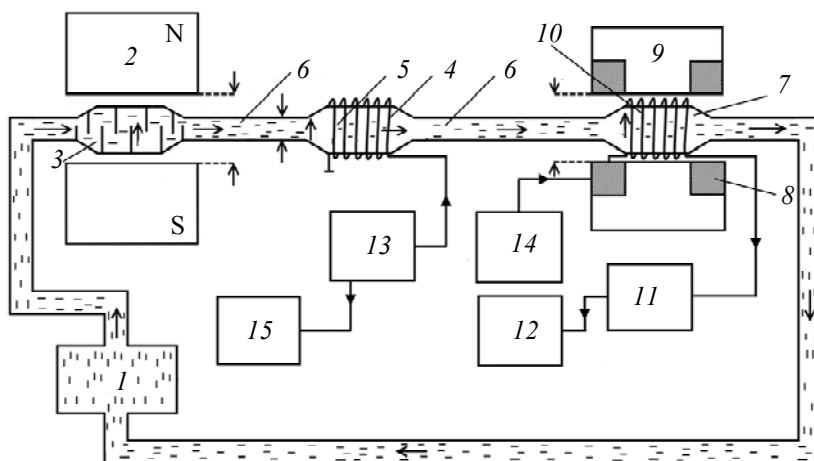


Рис. 1

Полная инверсия намагниченности M_n происходит на резонансной частоте ω_n радиополя H_1 , связанной с магнитным полем B_0 , в котором находится катушка нутации, следующим образом [7, 13—15]:

$$\omega_n = \gamma B_0, \quad (1)$$

где γ — гиромагнитное отношение ядер.

Максимальный сигнал нутации наблюдается при некоторой амплитуде радиополя H_1 с частотой ω_n , равной частоте прецессии ядер в B_0 . Ширина сигнала ядерного резонанса в этом случае складывается из естественной ширины линии $\Delta f_{\text{ЯМР}}$ и уширений, вызванных неоднородностью внешнего магнитного поля и т.д. [21—23].

Внутри ферромагнитного экрана ширина сигнала нутации зависит от $\Delta f_{\text{ЯМР}}$, связанной со значением T_2 текущей жидкости следующим соотношением [21—23]:

$$T_2 = 2/\Delta f_{\text{ЯМР}}. \quad (2)$$

Согласно работам [1—5, 9, 10], нижний предел измеряемого поля магнитометром не превышает $\Delta f_{\text{ЯМР}}/\gamma$. Из этого условия с учетом (2) было установлено, что при работе с полями $B \sim 50$ нТл рабочая жидкость должна обладать $T_2 > 3$ с.

На основании решения уравнений Блоха во вращающейся системе координат было получено условие максимального сигнала нутации [21, 24]:

$$\gamma H_1 \frac{V_n}{q} = \pi,$$

где V_n — объем катушки нутации (рис. 1, 5), q — расход жидкой среды.

Для описания процесса нутации используют величину $\Delta t = V_n/q$ — время действия радиополя H_1 на сегмент жидкости в катушке нутации.

В результате проведенных исследований на нутационном ЯМР-магнитометре (рабочая жидкость — водопроводная вода) при температуре $t = 10,2$ °С было установлено, что полную инверсию намагниченности в катушке нутации можно получить при

$$\Delta t > T_n, \quad (3)$$

где T_n — период действия радиополя H_1 , $T_n = 2\pi/\omega_n$.

На рис. 2 представлены экспериментально полученные (при $B_0 = 91 \cdot 10^{-6}$ Тл, $V_n = 9,81 \cdot 10^{-3}$ мл) зависимости амплитуды сигнала нутации от расхода жидкости q . Кривые получены на частоте ω_n для напряжений U_r (1 — 1,6; 2 — 2,5 В) генератора 13 (см. рис. 1) синусоидального колебания, подаваемого на катушку нутации.

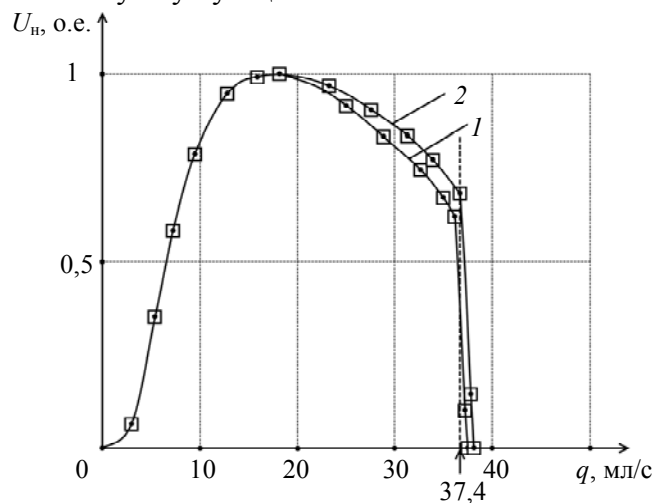


Рис. 2

Из рис. 2 видно, что при невыполнении соотношения (3) компенсировать уменьшение амплитуды сигнала нутации изменением величины поля H_1 (увеличением напряжения U_r) невозможно.

При измерении полей с $B = 50$ нТл в соответствии с (1) для протонных жидких сред частота нутации $f_n = 2,1$ Гц, а $T_n = 0,476$ с.

На основании проведенных исследований и сделанных расчетов, а также с учетом релаксационных процессов при протекании жидкой среды от поляризатора до анализатора [7, 11, 21, 24] были определены требования к рабочей жидкости: при температуре 15—40 °С должны выполняться условия $T_1 > 7$ с, $T_2 > 3$ с.

В настоящее время жидких сред с высокой текучестью (вязкость $\eta < 3,5 \cdot 10^{-3}$ Па·с) и такими константами релаксации нет. Наиболее близок по параметрам гептан ($T_1 = 2,1$, $T_2 = 1,2$ с, при температуре 28 °С). Поэтому для разработанного нами макета магнитометра сотрудниками Лаборатории химических и биотехнологий Национального технического университета Украины (НТУУ) „КПИ“ был изготовлен модифицированный раствор с использованием гюксидранта ниобия. Раствор представляет собой светло-зеленую с резким запахом жидкость, которая устойчиво существует в диапазоне температур 0—65 °С. Число протонов в одном сантиметре кубическом составляет $6,69 \cdot 10^{22}$ — данная жидкая среда хорошо намагничивается [15, 21—23].

На рис. 3, а и б представлены результаты экспериментальных исследований зависимости констант релаксации T_1 и T_2 модифицированного раствора (2) и гептана (1) от температуры, а на рис. 3, в — вязкости этих жидких сред (соответственно 2 и 1) и воды (3) от температуры, выполненных в НТУУ.

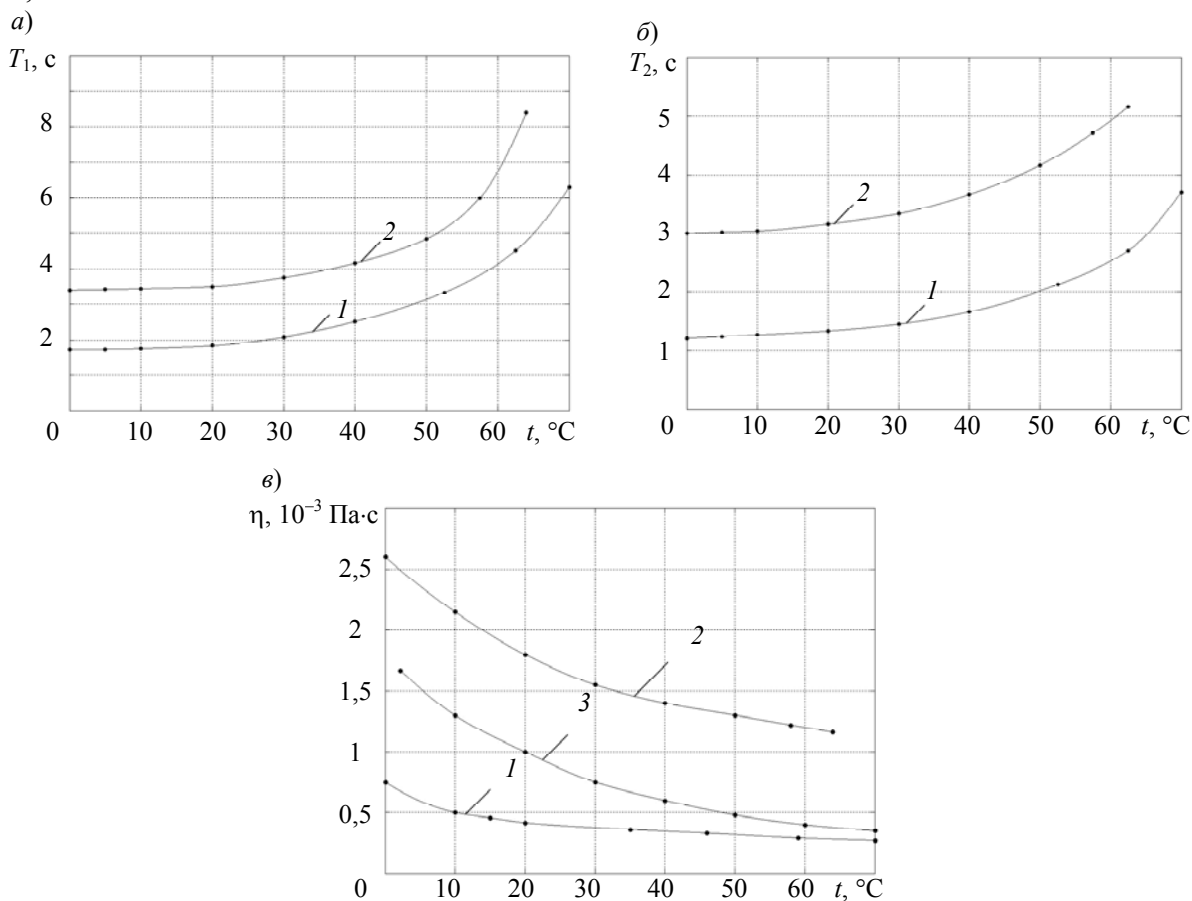


Рис. 3

Модифицированный раствор с некоторыми допущениями можно применить в качестве рабочей жидкой среды в нутационном ЯМР-магнитометре. Быстрое затухание сигнала ЯМР можно компенсировать использованием схемы накопления.

Для модифицированного раствора с учетом (3), а также того обстоятельства, что измерения необходимо проводить на расстоянии более 1,5 м от магнитных систем магнитометра,

было предложено несколько измерительных конструкций (зондов), которые включали в себя соединительные участки трубопровода b и катушку нутации 4 (см. рис. 1).

Оптимальным оказался вариант, в котором диаметр соединительного участка трубопровода составил $d_T = 1,5$ мм. Длина каждого соединительного участка 2000 мм. Объем сосуда-поляризатора $V_n = 42$ мл. В зоне размещения катушки нутации диаметр трубопровода был увеличен до 18 мм, как в [20]. Объем катушки нутации $V_n = 12,72$ мл, сопротивление $R_n = 1,38$ Ом, индуктивность $L_n = 237$ мкГн. С целью уменьшения влияния релаксационных процессов на величину регистрируемого сигнала ЯМР при протекании жидкости от сосуда-поляризатора до анализатора измерения проводились при максимально допустимом для такого диаметра трубопровода расходе жидкости $q = 3,0$ мл/с.

На рис. 4 представлен сигнал ЯМР, полученный при подключении измерительного зонда между поляризатором и анализатором. В качестве рабочей жидкости использовалась чистая вода с $T_1 = 3,62$ с при $t = 19,7$ °С. Модифицированный раствор при этой температуре обладает таким же значением T_1 (рис. 3, *a*). Из рисунка видно, что амплитуда ЯМР-сигнала невелика из-за проходящих релаксационных процессов. Поэтому для увеличения отношения сигнал/шум была использована схема накопления (100 накоплений).

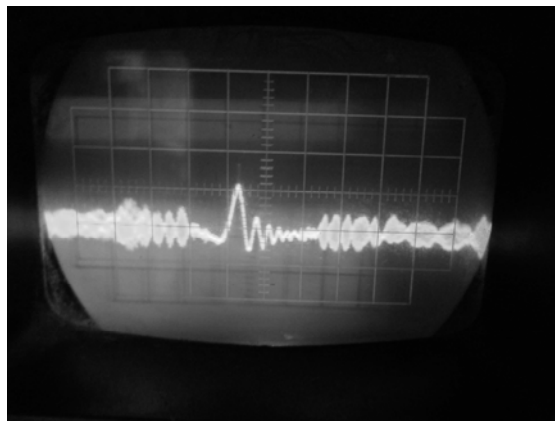


Рис. 4

На рис. 5 представлен сигнал ЯМР после накопления без инверсии намагниченности (рис. 5, *a*) и с инверсией (рис. 5, *б*). Измерения магнитного поля проводились внутри ферромагнитного экрана с коэффициентом экранирования более 10^{-3} . Для определения магнитного поля внутри экрана было проведено десять измерений ω_n при точной настройке генератора $I3$ (см. рис. 1) на частоту измеряемого магнитного поля $\omega_0 = \gamma B_0$, что соответствует максимуму инвертируемого сигнала (рис. 5, *б*). Поле внутри экрана $B_0 = 50,33 \pm 0,15$ нТл.

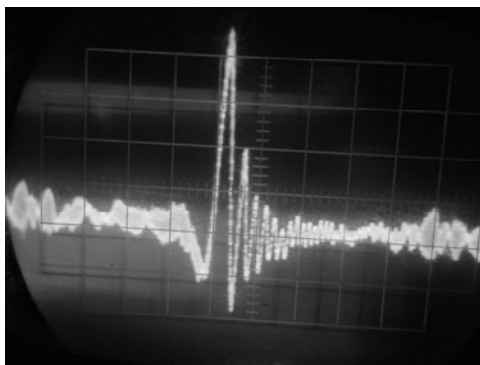
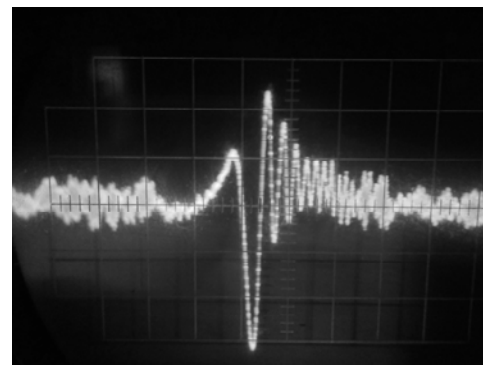
a)*б)*

Рис. 5

Полученные результаты показали, что

— разработанный макет нутационного ЯМР-магнитометра пригоден для проведения измерения слабых магнитных полей, например, внутри ферромагнитного экрана;

— использованный модифицированный раствор имеет недостаточное значение T_1 для проведения разработанным магнитометром эффективных измерений физических величин [25, 26]. Так как из-за релаксационных процессов (без использования схемы накопления) инвертированный сигнал ЯМР обладает низким отношением сигнал/шум, точная настройка генератора нутации на частоту поля B_0 будет затруднена, поэтому предлагается использовать жидкую среду с более высоким T_1 .

Для эффективного применения макета нутационного ЯМР-магнитометра необходимо в первую очередь изготовить жидкую среду с $T_1 > 9$ с, $T_2 > 4$ с в диапазоне температур 15—40 °С и вязкостью $\eta < 2,0 \cdot 10^{-3}$ Па·с. Интерес с этой точки зрения представляют некоторые жидкие среды (см. таблицу), но у всех у них T_2 порядка нескольких миллисекунд. А другие вещества, например чистый ацетон ($T_2 \sim 19$ с), очень летучи, что в случае прорыва трубопровода создаст большие проблемы. Кроме того, при использовании сильно летучих веществ к конструкции проточного магнетометра будут предъявляться очень жесткие требования, выполнение которых может сделать предложенный нами метод измерения слабых магнитных полей нецелесообразным.

Жидкая среда	T_1 , с	η , Па·с
Бензол	19,3	$0,44 \cdot 10^{-3}$
Чистый бензин	18,9	$0,51 \cdot 10^{-3}$
Чистый керосин	17,9	$1,32 \cdot 10^{-3}$
Толуол для кольцевых протонов	16,0	$0,42 \cdot 10^{-3}$
Ацетон	15	$0,25 \cdot 10^{-3}$
Хлорбензол	15	$0,33 \cdot 10^{-3}$
Этиловый эфир	14,5	$0,63 \cdot 10^{-3}$
Толуол для протонов группы CH_3	9,0	$0,46 \cdot 10^{-3}$

Возможность применения чистого бензина и керосина ограничивают требования по безопасности, кроме того при многократном контакте этих веществ с воздухом в помпе их времена релаксации могут уменьшиться до 3—5 с.

Наибольший интерес представляет смесь метилового спирта ($T_1 = 8,2$ с) с небольшим количеством чистого бензола и муравьиной кислоты ($T_1 = 8,0$ с). Проведенные опыты по смешиванию бензола с кислотами и солями [24] позволяли получать химические соединения с $T_1 \geq 60$ с и $T_2 \sim 20$ —30 с.

Увеличение значения индукции B_n за счет использования новых магнитных материалов позволит сократить время поиска резонансной частоты измерительного датчика регистрирующей системой в магнитном поле B_0 .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Александров Е. Б., Вершовский А. К. Современные радиоптические методы квантовой магнитометрии // Успехи физических наук. 2009. Т. 179, № 6. С. 605—637.
2. Головашкин А. И., Кузьмичев Н. Д., Славкин В. В. Простое чувствительное устройство для измерения слабых магнитных полей на основе высокотемпературного сверхпроводящего иттриевого купрата // Журнал технической физики. 2006. Т. 76, № 3. С. 81—85.
3. Вершовский А. К., Александров Е. Б. Устранение фазовой ошибки M_x -магнитометра и контроль формы линии резонанса в нестабильном поле методом инвариантного отображения сигнала спиновой прецессии // Оптика и спектроскопия. 2006. Т. 100, № 1. С. 23—25.
4. Александров Е. Б., Вершовский А. К., Пазгалев А. С. Магнитометр на симметричной паре переходов в сверхтонкой структуре Rb-87 // Журнал технической физики. 2006. Т. 76, № 7. С. 103—107.
5. Александров Е. Б., Балабас М. В., Вершовский А. К. и др. Быстродействующий трехкомпонентный магнитометр-вариометр на основе цезиевого датчика // Журнал технической физики. 2006. Т. 76, № 1. С. 115—120.

6. Александров Е. Б. Исследования в области магнитных полей. Л., 1978. 216 с.
7. Жерновой А. И. Измерение магнитных полей методом нутации. Л.: Энергия, 1979. 104 с.
8. Дудкин В. И., Пахомов Л. Н. Квантовая электроника. СПб: Изд-во Политехнического университета, 2012. 496 с.
9. Померанцев Н. Н., Рыжков В. М., Скроцкий Г. В. Физические основы квантовой магнитометрии. М.: Наука, 1972. 286 с.
10. Блинов Е. В., Гизбург Б. И., Житников Р. А., Кулешов П. П. Щелочно-гелиевый магнитометр с оптической ориентацией атомов калия // Журнал технической физики. 1984. Т. 54, № 2. С. 287—292.
11. Давыдов В. В., Семенов В. В. Нестационарный режим работы нутационных ЯМР расходомеров и магнитометров // Приборы и техника эксперимента. 1999. № 3. С. 151—153.
12. Davydov V. V. The different work regimes of the nutation nuclear – magnetic flowmeter // Contemporary Technical Physics J. of Boston Physical Society. 1998. Vol. 9, N 3. P. 74—77.
13. ГОСТ 8.096-73. Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерения магнитной индукции.
14. ГОСТ 8.144-75. Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерения магнитной индукции в диапазоне 0.05—2 Тл.
15. Симонов В. М., Ягола В. К. Широкодиапазонный протонный тесламетр // Измерительная техника. 1975. № 10. С. 76—77.
16. Ягола Г. К., Казанцев Ю. И., Симонов В. М. и др. Государственный специальный эталон единицы магнитной индукции для диапазона 2—10 Тл // Измерительная техника. 1976. № 3. С. 52—53.
17. Давыдов В. В., Семенов В. В. Линия нутации ядерно-магнитного спектрометра с текущим образцом // Радиотехника и электроника. 1999. Т. 44, № 12. С. 1528—1531.
18. Пряхин А. Е., Шушкевич С. С., Оробей И. О. и др. Ядерно-магнитный расходомер жидкостей // Приборы и техника эксперимента. 1986. № 6. С. 216.
19. Давыдов В. В., Карсеев А. Ю. Малогабаритный ядерно-магнитный спектрометр для экспресс-анализа жидких сред // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2013. № 4 (86). С. 87—92.
20. Давыдов В. В., Дудкин В. И., Карсеев А. Ю. Повышение точности измерения констант релаксации текущей жидкости в ядерно-магнитном спектрометре // Изв. вузов. Приборостроение. 2013. Т. 56, № 10. С. 64—68.
21. Жерновой А. И. Ядерный магнитный резонанс в проточной жидкости. М.: Атомиздат, 1964. 254 с.
22. Лёше А. Ядерная индукция. М.: ИЛ, 1963. 678 с.
23. Абрагам А. Ядерный магнетизм. М.: ИЛ, 1967. 686 с.
24. Бородин П. М., Мельников А. В., Морозов А. А., Чернышев Ю. С. Ядерный магнитный резонанс в земном поле. Л.: Изд-во ЛГУ, 1967. 232 с.
25. Кабардина С. И., Шефер Н. И. Измерения физических величин. М.: Бином. Лаборатория знаний, 2009. 152 с.
26. Зайдель А. Н. Ошибки измерений физических величин. М.: Лань, 2005. 112 с.

Сведения об авторах

- Вадим Владимирович Давыдов** — канд. физ.-мат. наук, доцент; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
E-mail: davydov_vadim66@mail.ru
- Валентин Иванович Дудкин** — д-р физ.-мат. наук, профессор; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
E-mail: vidoodkin@mail.ru
- Антон Юрьевич Карсеев** — студент; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
E-mail: antonkarseev@gmail.com

Рекомендована кафедрой
квантовой электроники

Поступила в редакцию
15.04.14 г.