

УДК 681.5.08

ИМПУЛЬСНЫЙ МАГНИТОМЕТР НА ОСНОВЕ ЯДЕРНОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА*

Г. В. Карпов

*Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН,
630090, г. Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 11
E-mail: G.V.Karpov@inp.nsk.su*

Описан прецизионный магнитометр на основе импульсных методов ядерного магнитного резонанса (ЯМР). Магнитометр обеспечивает измерения постоянных магнитных полей с абсолютной погрешностью не более 10^{-6} и разрешением до 10^{-7} . Использование современных цифровых технологий, в частности FPGA, позволило значительно ускорить и оптимизировать обработку сигналов ЯМР. Показаны особенности построения магнитометра, дано описание методов обработки сигналов, проанализирована погрешность измерений, приведены экспериментальные данные.

Ключевые слова: ЯМР-магнитометр, FPGA, датчик ЯМР, магнитные поля, цифровая обработка сигналов.

Введение. Магнитометры на основе ядерного магнитного резонанса (ЯМР) используются при измерении тем или иным способом ларморовской частоты прецессии ядер ($\omega_{\text{пр}}$) в магнитном поле, связанной с индукцией поля B через гиромагнитное отношение γ , которое является свойством данного типа ядер: $\omega_{\text{пр}} = \gamma B$. Классический метод, применяемый в большинстве выпускаемых в мире ЯМР-магнитометров [1], — автодинный, в его основе лежит использование автогенератора, частота которого автоматически подстраивается под частоту ЯМР. Один из основных недостатков данного метода заключается в том, что датчик составляет часть резонансного контура и это существенно снижает диапазон измерения полей, перекрываемый одним датчиком, а также ограничивает сверху рабочую частоту, вынуждая для измерения высоких полей (более 1 Т) брать в качестве рабочих ядер не протоны, дающие наиболее интенсивный сигнал, а ядра лития и дейтерия. Измерение магнитных полей в широком диапазоне, например от 0,1 до 2 Т, требует смены пяти–шести датчиков ЯМР, что не всегда возможно в условиях работы в электрофизических установках. Тот факт, что датчик является частью резонансного контура, также накладывает ограничение на расстояние между датчиком и электроникой — оно не должно превышать 0,5–1 м.

Импульсные методы широко применяются в ЯМР-спектроскопии и ЯМР-томографии [2]. В Институте ядерной физики (ИЯФ) СО РАН в течение последних 20 лет они успешно используются и при построении ЯМР-магнитометров. Выбор импульсных методов был обусловлен, прежде всего, требованиями к их работе в электрофизических установках ИЯФ СО РАН: необходимостью перекрытия одним датчиком широкого диапазона полей, а также удалённостью датчика от электроники до 10 м. Это несколько увеличивает сложность электроники магнитометра, однако в связи с быстрым прогрессом в области компонентной базы данный фактор практически перестал быть определяющим.

Цель предлагаемой работы — создание новой компактной версии магнитометра на базе импульсных методов ЯМР, в которой бы с помощью современных цифровых техно-

*Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 11-02-01422-а «Прецизионная проверка СРТ инвариантности методом сравнения частот спиновой прецессии электрона и позитрона в накопителе»).

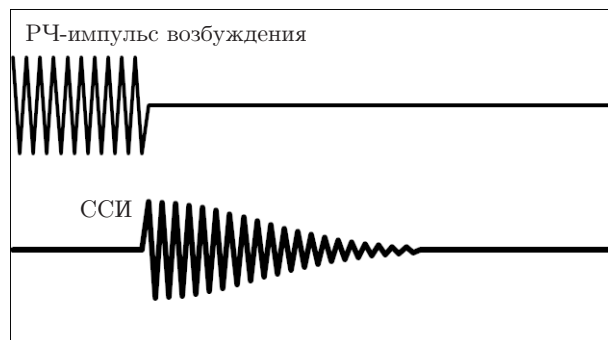


Рис. 1. Базовая методика ядерного магнитного резонанса, лежащая в основе работы ЯМР-магнитометра

логий был существенно ускорен и оптимизирован процесс обработки сигналов и в конечном итоге обеспечено разрешение измерений на уровне 10^{-7} .

Метод измерения. В основе работы описываемого магнитометра лежит широко применяемая в ЯМР-спектроскопии импульсная методика, представленная на рис. 1. Она заключается в воздействии на ядра, содержащиеся в образце, радиочастотным (РЧ) импульсом с последующей регистрацией сигнала спада свободной индукции (ССИ) [3]. Длительность сигнала, оказывающая большое влияние на точность измерений поля, определяется двумя факторами: временем поперечной релаксации T_2 , обусловленной взаимодействием спинов ядер друг с другом и с решёткой, и разбросом частот прецессии ядер в объёме образца, вызванным неоднородностью магнитного поля. Частота заполнения РЧ-импульса возбуждения ω_b должна быть близка к частоте прецессии ядер $\omega_{пр}$. Разница частот $\omega_b - \omega_{пр}$ для получения достаточной амплитуды сигнала ССИ должна быть меньше $1/\Delta T_b$, где ΔT_b — длительность РЧ-импульса возбуждения. Длительность РЧ-импульса, в свою очередь, должна обеспечить поворот вектора намагниченности ядер на угол θ , примерно равный 90° (в этом случае сигнал будет максимальным): $\theta = \gamma b_b \Delta T_b \approx \pi/2$, где b_b — амплитуда РЧ-поля возбуждения в объёме образца. Характерные величины ΔT_b лежат в диапазоне 3–50 мкс и зависят от индукции измеряемого поля, его однородности и объёма образца датчика. В течение одного цикла измерения образец, как правило, возбуждается многократно с накоплением сигналов ЯМР, это повышает точность измерений. Темп накопления сигнала (или частота повторения импульсов возбуждения) зависит от скорости восстановления стационарной ядерной намагниченности образца, что определяется временем продольной релаксации T_1 , обусловленной взаимодействием спинов ядер с решёткой.

Датчики ядерного магнитного резонанса. Датчики, используемые в импульсных ЯМР-магнитометрах, конструктивно очень просты. Они состоят из образца, содержащего рабочие ядра, катушки, намотанной на образец, и корпуса. Предельная простота датчиков позволяет разместить их в корпусах очень малых размеров. Так, разработан датчик толщиной 0,6 мм для измерения магнитных полей в узких зазорах. Отсутствие резонансных элементов позволяет перекрывать одним датчиком большой диапазон полей, величина B_{max}/B_{min} может достигать нескольких десятков. Другим преимуществом является возможность удаления датчика от электроники на значительное расстояние (до 10 м и более).

В качестве рабочих веществ автором используются такие материалы, как вода, резина и порошок алюминия. Вода обеспечивает наибольшее отношение сигнала к шуму. Резина, в которой рабочими ядрами также являются протоны, имеет существенный недостаток — малое время поперечной релаксации T_2 , что значительно уменьшает точность измерений однородных полей. Порошок металлического алюминия используется для из-

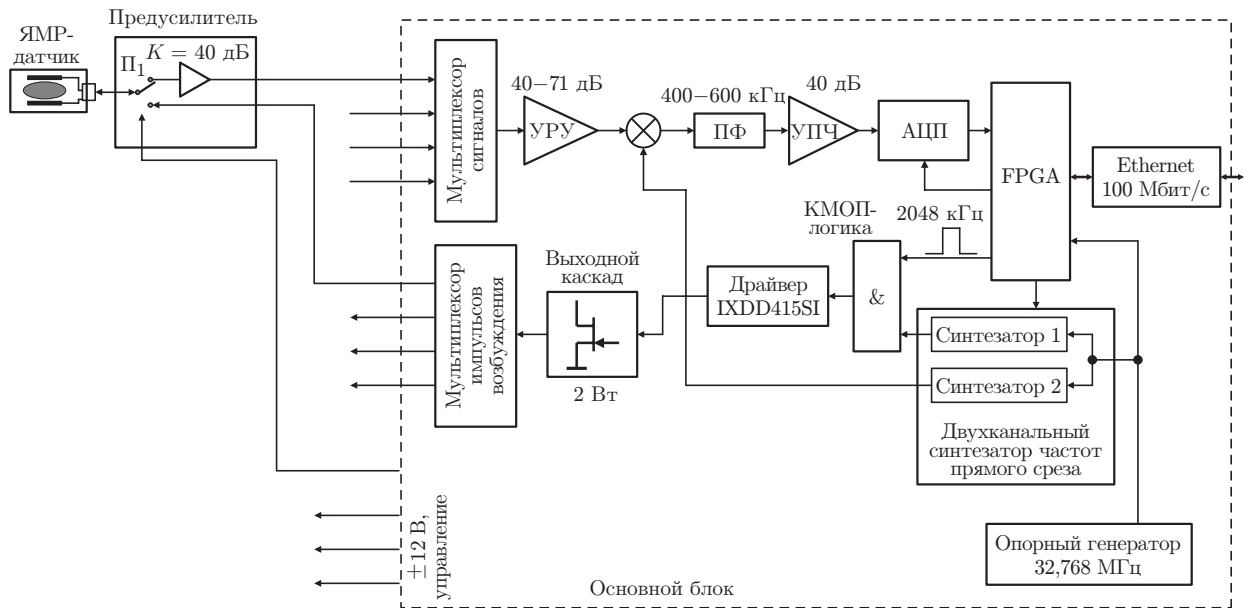


Рис. 2. Функциональная схема ЯМР-магнитометра

мерения магнитных полей при сверхнизких температурах, в том числе при температуре жидкого гелия [4].

Структура ЯМР-магнитометра и принцип его работы. Схема четырёхканального ЯМР-магнитометра представлена на рис. 2. Магнитометр позволяет одновременно проводить измерения четырьмя датчиками. Он состоит из основного блока электроники (рис. 3), размещённого в корпусе евромеханики высотой 1U, четырёх выносных предусилителей и четырёх датчиков. Многоканальная работа обеспечивается за счёт поочерёдного подключения предусилителей к основному блоку с помощью специальных мультиплексоров.

В магнитометре можно функционально выделить двухканальный синтезатор частот, передающий и приёмный тракты. Передающий тракт формирует РЧ-импульсы возбуждения амплитудой около 15 В (мощностью в импульсе около 2 Вт), подаваемые на катушку датчика ЯМР, которая одновременно является и приёмной. Формирователь РЧ-импульсов возбуждения достаточно прост. С помощью КМОП-логики формируется РЧ-импульс прямоугольной формы амплитудой 2,5 В с частотой заполнения синтезатора 1. Этот импульс подаётся на драйвер IXDD415SI, способный работать на большую ёмкостную нагрузку (до 5 нФ) и обеспечивать амплитуду РЧ-напряжения около 5 В на затворе выходного полевого транзистора КП907А. Выходной транзистор работает в режиме с отсечкой. В исходном состоянии он заперт, а отпирается поступающим РЧ-напряжением. Выходная мощность в



Рис. 3. Основной блок магнитометра (вид со стороны передней панели)

импульсе около 2 Вт, средняя потребляемая мощность всего формирователя РЧ-импульсов в процессе измерения с учётом высокой скважности РЧ-импульсов (1000–10000) очень мала — 0,2–2 мВт.

На стадии приёма наведённый на концах катушки ядрами сигнал ССИ через переключатель Π_1 поступает на вход малошумящего усилителя с коэффициентом передачи около 40 дБ. Далее сигнал попадает по кабелю, соединяющему предусилитель с основным блоком, проходит через мультиплексор сигналов и поступает на усилитель с регулируемым усилением (УРУ), коэффициент передачи которого можно программным образом регулировать в диапазоне 40–71 дБ. Поскольку амплитуда сигнала ЯМР увеличивается с ростом поля, регулировка коэффициента передачи позволяет поддерживать оптимальный уровень сигнала во всём диапазоне измеряемых полей. Приёмный тракт магнитометра работает по супергетеродинной схеме с преобразованием в промежуточную частоту. Сигнал после УРУ смещается с опорным сигналом синтезатора 2, частота которого F_2 примерно на 500 кГц меньше частоты синтезатора 1. После смесителя сигнал ЯМР с частотой, близкой к 500 кГц, поступает через полосовой фильтр (ПФ) на усилитель промежуточной частоты (УПЧ), а затем преобразуется в цифровой вид 12-разрядным АЦП, работающим с частотой дискретизации 2048 кГц. Последующая обработка сигнала ЯМР осуществляется в цифровом виде в микросхеме FPGA (фирмы "Altera"), она включает в себя первичную обработку сигнала (вычитание постоянной составляющей) и нахождение спектра сигнала с помощью фурье-преобразования. Окончательная обработка сигнала происходит в компьютере, который прочитывает из блока спектр сигнала и находит середину интеграла резонансного пика ΔF_p , которая является разностью частоты ЯМР $F_{\text{ЯМР}}$ и частоты F_2 . Искомая частота ЯМР находится как сумма определённой ΔF_p и известной F_2 частот.

Процессы возбуждения ядер и приёма сигнала ССИ осуществляются последовательно во времени. Переход от стадии возбуждения к стадии приёма сигнала обеспечивается переключателем Π_1 . Существует большой перепад между уровнем напряжения возбуждения и уровнем сигнала ЯМР — около 80 дБ. «Мёртвое» время — время после окончания РЧ-импульса возбуждения до момента, когда приёмный тракт будет готов принимать очень малые сигналы ССИ (характерная амплитуда этих сигналов — единицы микровольт), должно быть как можно меньшим. Это даёт возможность регистрировать быстро затухающие сигналы, которые имеют место либо в случаях больших неоднородностей измеряемых полей, либо при использовании датчиков на основе металлических порошков, имеющих малое время поперечной релаксации. В описываемом магнитометре мёртвое время составляет порядка 5 мкс.

Магнитометр через порт 100 Мбит/с подключается к сети Ethernet и может быть доступен с любого компьютера, подсоединённого к данной сети.

Режимы работы. Сигнал ЯМР будет наводиться на концах катушки датчика, если разница между частотой прецессии ядер и частотой возбуждения ($\omega_{\text{пр}} - \omega_{\text{в}}$) не превышает величину $\sim(1/\Delta T_{\text{в}})$. Если измеряемое поле заранее неизвестно с точностью порядка $1/(\gamma\Delta T_{\text{в}})$, в магнитометре предусмотрен режим поиска, когда частоты возбуждения и опорного сигнала сканируют в заданном диапазоне, при этом ищется максимум сигнала. В случае превышения максимумом некоего порогового значения делается вывод, что частота возбуждения, которой соответствует такой максимум, и есть примерное значение искомой частоты ЯМР. Далее включается режим измерения, когда находится точное значение частоты ЯМР и происходит слежение частоты возбуждения за частотой ЯМР.

Цифровая обработка сигналов. Наиболее трудоёмкая часть обработки сигналов — вычисление их спектров — осуществляется внутри FPGA основного блока магнитометра.

Фактически в FPGA реализован цифровой анализатор спектра. Исходные данные — это временной массив сигнала величиной 16384 точки, полученный с помощью АЦП, работающего с частотой выборок 2048 кГц. Задаваемыми являются следующие параметры

спектра: центр диапазона частот F_0 , диапазон частот D и шаг по частоте ΔF . Цифровой синтезатор частот перестраивается в диапазоне от $F_0 - D/2$ до $F_0 + D/2$ с шагом ΔF , для каждой частоты F находится амплитуда спектра $S(F)$. Полученный спектр сигнала далее передаётся в компьютер, где подвергается окончательной обработке. В магнитометре реализована автоматическая подстройка параметров цифрового анализатора спектра под реальный спектр сигнала ЯМР.

Весь процесс цифровой обработки сигналов состоит из двух этапов: промежуточного и основного. Во время промежуточного этапа грубо находится частота ЯМР $F_{гр}$ и вычисляется примерная ширина спектра сигнала $\Delta F_{сп}$, на основе чего оценивается длительность сигнала ЯМР и подбираются параметры оптимального фильтра. Известно, что минимизировать влияние амплитудных шумов на результат измерения можно путём фильтрации сигнала с помощью «согласованного» фильтра [5], умножив сигнал на функцию, совпадающую с огибающей сигнала. Реально без больших потерь в качестве данной функции используется просто прямоугольное окно, т. е. из общего массива берётся такое количество точек сигнала N , в котором содержится $\sim 90\%$ энергии сигнала. Во время основного этапа получается спектр с максимальным частотным разрешением с центром диапазона $F_{гр}$ и размером диапазона $D \sim 3\Delta F_{сп}$. Далее находится середина интеграла резонансного пика ΔF_p , которая является разностью частоты ЯМР $F_{ЯМР}$ и частоты синтезатора F_2 . Весь цикл обработки сигнала занимает 20–40 мс, что сравнимо с периодом повторения импульсов возбуждения.

Накопление сигнала. Для увеличения отношения сигнала к шуму и повышения точности измерений в магнитометре реализована возможность накопления сигнала путём суммирования массивов сигнала, полученных после различных импульсов возбуждения. Рост отношения сигнала к шуму достигается ценой повышения времени измерения. Тем не менее в многоканальном режиме общее время измерения можно сократить, применяя так называемый «конвейерный» метод накопления сигнала. В этом методе после цикла возбуждения ядер в одном из каналов время, необходимое датчику данного канала для восстановления ядерной намагниченности, используется для возбуждения ядер в датчиках других каналов.

Точность измерений. Погрешность относительных измерений поля (или повторяемость измерений) имеет два основных вида:

- 1) случайная погрешность, обусловленная шумами;
- 2) погрешность из-за нестабильности частоты синтезатора.

Погрешность абсолютных измерений помимо этих видов дополнительно включает ещё два вида погрешностей. Первая возникает из-за неопределённости гиромагнитного отношения ядер с учётом химического сдвига, а также из-за искажений поля, вызванных магнитными свойствами элементов датчика, прежде всего образца. По порядку величины эта погрешность составляет $(1-2) \cdot 10^{-6}$. Вторая погрешность связана с пространственной неопределённостью положения точки измерения, которая по порядку величины составляет около 10 % от неоднородности поля в объёме образца.

Нестабильность частоты синтезатора определяется нестабильностью опорного генератора, которая не превышает 10^{-6} в диапазоне температур 10–50 °С. В магнитометре существует возможность использовать внешний опорный генератор, который может иметь более высокую стабильность частоты.

Случайная погрешность, вызванная шумами, характеризуется своим среднеквадратичным значением при времени измерения 1 с $(\sigma_F)_1$. Среднеквадратичная погрешность $(\sigma_F)_1$ определяется шириной спектра сигнала ΔF_c и отношением сигнала к шуму в спектре при времени накопления 1 с $(C/Ш)_1$ [6]:

$$(\sigma_F)_1 \cong \Delta F_c / (C/Ш)_1. \quad (1)$$

Ширину спектра сигнала ΔF_c можно представить в виде суммы собственной ширины резонанса рабочего вещества ΔF_0 и уширения вследствие разброса частот прецессии ядер образца ΔF_H :

$$\Delta F_c \cong \Delta F_0 + \Delta F_H \cong 1/T_2 + \gamma \Delta B_H / \pi, \quad (2)$$

где ΔB_H — интегральная неоднородность измеряемого поля в объёме образца.

Отношение сигнала к шуму в спектре $(C/Ш)_1$ определяется параметрами измеряемого поля, параметрами датчика и шумовыми параметрами входных каскадов предусилителя [6]:

$$(C/Ш)_1 \equiv (\gamma \chi_0 B^2 V^{1/2} L^{1/2}) / ((\Delta F_c)^{1/2} (T_1)^{1/2} (S_{ш})^{1/2}), \quad (3)$$

где χ_0 — ядерная магнитная восприимчивость рабочего вещества; B — индукция измеряемого поля; V — объём рабочего вещества (объём образца); L — индуктивность катушки датчика; T_1 — время продольной релаксации рабочего вещества; $S_{ш}$ — спектральная плотность шума электроники.

Как следует из выражений (1)–(3), среднеквадратичная погрешность $(\sigma_F)_1$ в значительной степени определяется параметрами измеряемого поля, она снижается с увеличением индукции измеряемого поля и с уменьшением градиента поля в точке измерения.

Результаты тестовых испытаний. Для тестовых испытаний использовался магнит с индукцией $\sim 0,15$ Т, сделанный на основе постоянных магнитов. Относительный градиент поля в месте расположения датчика составлял $\sim (2 \cdot 10^{-4}/\text{см})$. Процедура испытаний включала в себя непрерывные измерения поля в течение нескольких минут, после чего вычислялось среднеквадратичное отклонение поля от его среднего значения. Поскольку постоянные магниты обладают существенным температурным дрейфом магнитного поля, для удаления влияния этого дрейфа из результатов измерения поля $B(t)$ вычиталась линейная компонента. Нормированные результаты измерений после процедуры $(B - B_{cp})/B_{cp}$, где B_{cp} — среднее значение измеренного поля, показаны на рис. 4.

Среднеквадратичное отклонение σ от среднего значения измеренного поля (или разделение) при времени измерения ~ 80 мс (без накопления сигнала) составило около $4 \cdot 10^{-7}$, а при времени измерения ~ 700 мс (число накоплений $N_A = 8$) — около $1,5 \cdot 10^{-7}$. С ростом величины поля точность измерений магнитометра обычно повышается, что связано, прежде всего, с увеличением амплитуды сигнала.

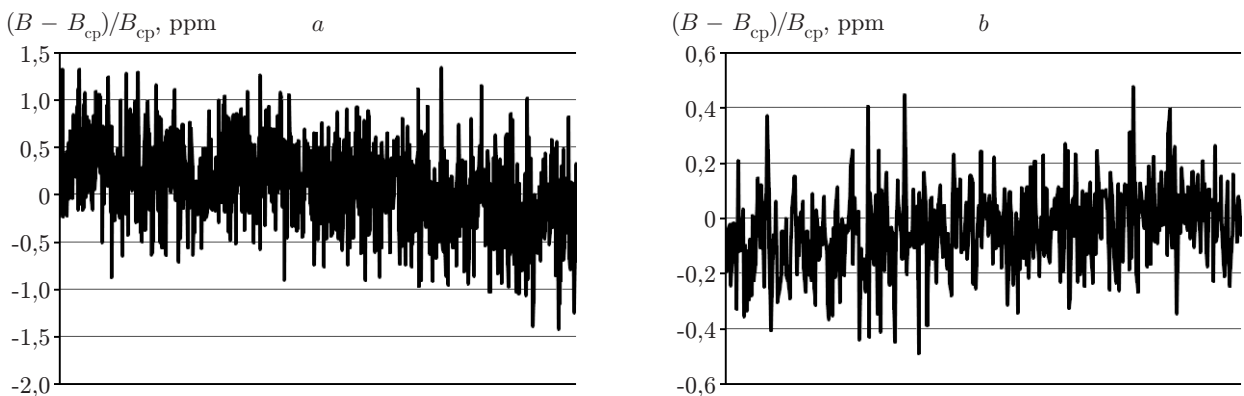


Рис. 4. Нормированные результаты измерений магнитного поля тестового магнита: *a* — время одного измерения ~ 80 мс ($\sigma \approx 0,4$ ppm = $4 \cdot 10^{-7}$); *b* — время одного измерения ~ 700 мс ($\sigma \approx 0,15$ ppm = $1,5 \cdot 10^{-7}$)

Заключение. Представленный ЯМР-магнитометр способен обеспечивать относительную точность измерений однородных магнитных полей (с относительным градиентом $(2-3) \cdot 10^{-4}$) порядка 10^{-7} в диапазоне 0,05–2,5 Т при работе с одним датчиком. Достигнуто это помимо оптимизации датчиков ЯМР и минимизации шумов электроники за счёт оптимизации обработки сигналов. Реализованный в магнитометре цифровой анализатор спектра автоматически подстраивает свои параметры под параметры сигнала ЯМР, фактически обеспечивая фильтрацию сигналов, близкую к согласованной, а также максимальное (при данной ширине спектра сигнала) разрешение по частоте. При этом, несмотря на большой объём вычислений, процесс обработки сигналов занимает относительно небольшое время — несколько десятков миллисекунд, общее минимальное время одного измерения составляет 70–80 мс. Используемый в магнитометре конвейерный способ накопления сигнала позволяет почти одновременно измерять поля четырьмя датчиками ЯМР.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **NMR Precision** Teslameter PT2025 // Metrolab. URL: <http://www.metrolab.com/index.php?id=69> (дата обращения: 12.09.2013).
2. Эрнст Р., Боденхаузен Дж., Вокаун А. ЯМР в одном и двух измерениях. М.: Мир, 1990. 710 с.
3. **Reymond C.** Magnetic resonance techniques // CERN 98-05. CERN, 1998. P. 219–231.
4. **Borovikov V. M., Fedurin M. G., Karpov G. V. et al.** Precise NMR measurement and stabilization system of magnetic field of a superconducting 7T wave length shifter // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. Sect. A. 2001. **467–468**. P. 198–201.
5. **Тихонов В. И.** Статистическая радиотехника. М.: Сов. радио, 1966. 678 с.
6. **Карпов Г. В., Медведко А. С., Шубин Е. И.** Прецизионные магнитометры на основе ЯМР в стандарте VME. Новосибирск, 2004. 20 с. (Препр. /ИЯФ СО РАН; 2004-55).

Поступила в редакцию 12 сентября 2013 г.
