

МЕТОД СИНХРОННОГО ДЕТЕКТИРОВАНИЯ В ЗАДАЧАХ СПЕКТРОСКОПИИ ЭЛЕКТРОННОГО, ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА И ЯДЕРНОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

Метод синхронного детектирования (СД) нашел широкое распространение в спектрометрах электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) и ядерного магнитного резонанса (ЯМР) высокого разрешения. Для наблюдения резонансного поглощения исследуемое вещество помещают в радиочастотное поле, амплитуду которого измеряют при наличии резонансных условий и в их отсутствие. Разность этих амплитуд и определяет коэффициент поглощения в образце. Чувствительность спектрометров ограничивается следующими основными факторами:

- шумами кристаллического диода, выпрямляющего ВЧ-сигнал;
- колебаниями выходной мощности генератора, создающего радиочастотное поле;
- разбалансом датчика из-за микрофонных явлений, изменений температуры, флуктуаций частоты генератора и других причин.

При исследовании слабых линий сигнал магнитного резонанса отделяют от хаотических флуктуаций выпрямленного напряжения, используя зависимость его амплитуды от напряженности магнитного поля (рис. 1). Если частота генератора ω и поля H_0 удовлетворяют условию резонанса, то модуляция величин H_0 ($H'_0 = H_0 + \Delta H \cos \omega_0 t$) приводит к появлению на выходе спектрометра переменного напряжения, которое затем усиливается узкополосным усилителем и подается на вход СД. Выбирая амплитуду модуляции намного меньше ширины изучаемой линии и обеспечивая медленное линейное прохождение поля в области резонанса, на входе СД получают квазисинусоидальный сигнал, на его выходе – медленно меняющееся напряжение, амплитуда которого во времени повторяет зависимость производной кривой поглощения от напряженности магнитного поля H .

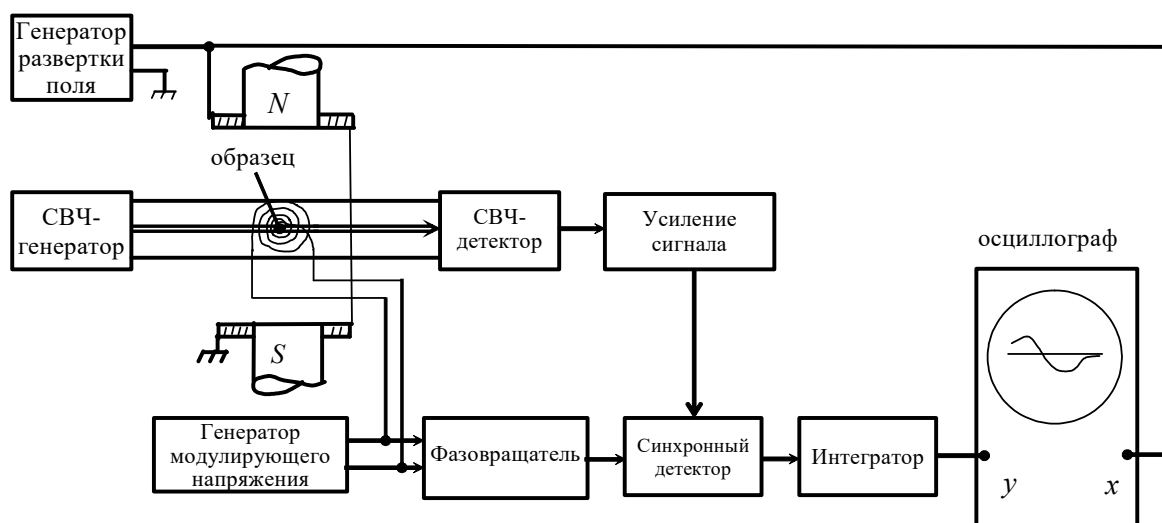


Рис. 1. Спектрометр ЭПР или ЯМР с модуляцией поля и синхронным детектированием

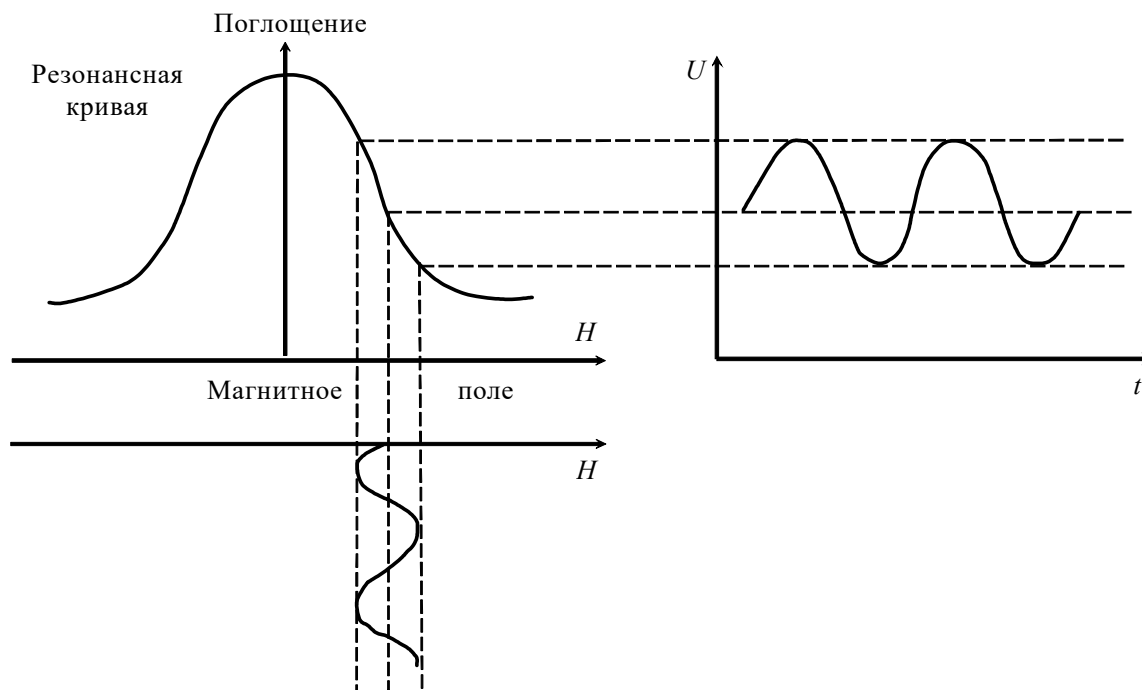


Рис. 2. Принцип формирования измеряемого сигнала при линейном прохождении поля в области резонанса

Для ослабления влияния шумов постоянную времени интегратора (RC-фильтра СД) стремятся сделать как можно большей. С другой стороны, чтобы не отфильтровать полезный сигнал, необходимо увеличивать время наблюдения, уменьшая скорость развертки поля. Возможность такого увеличения зависит от общей стабильности прибора, а именно от тех факторов, влияние которых на стабильность прибора не устраняется модуляцией поля и СД (фон на частоте модуляции, флуктуации скорости развертки магнитного поля, флуктуации коэффициента усиления узкополосного усилителя и др.). Если дрейф прибора велик, для получения воспроизводимых результатов нужно проходить область резонанса быстро; в этом случае чувствительность может быть высокой только в случае использования цифрового устройства накопления. Такое устройство позволяет усреднить значительно большее число периодов сигнала (получить больший коэффициент выделения), чем аналоговые системы, где ограничивающим фактором является малая «емкость» памяти.