Синхронное детектирование магнитного резонанса

Цель работы: освоение метода синхронного детектирования слабых сигналов поглощения электромагнитного излучения, возникающих в магнитных резонансах.

1 Постановка задачи

Зеемановское расщепление уровней энергии $\Delta E = \mu_{\text{в}} g B$, возникающее при взаимодействии индукции магнитного поля **B** с магнитными моментами электронных оболочек ионов имеет малую величину. При характером значении g фактора, равном двум, в поле $B = 10^4$ Гс, достигаемом в лабораторных условиях с помощью электромагнитов, величина расщепления составляет всего лишь 1.3 K. В таких условиях практически при всех температурах, кроме очень низких, заселенности уровней близки, поэтому поглощение электромагнитного излучения на них очень слабó. Чтобы повысить чувствительность, измерения обычно проводят при гелиевых температурах с применением сверхпроводящих магнитов, создающих на порядок более сильные поля, но даже в этих услови-

ях приходится прибегать к методу синхронного детектирования, позволяющему измерять слабые сигналы.

Суть метода заключается в том, что наряду с постоянным полем **B** прикладывается переменное магнитное поле $\mathbf{B}_\omega(\omega t)$, малое по сравнению с B, с частотой много меньшей, чем частота поглощаемого электромагнитного излучения. Поле $\tilde{\mathbf{B}}_\omega$ модулирует сигнал поглощения, у которого появляется составляющая на частоте ω. На входы устройства, называемого *синхронным детектором* подаются два сигнала: слабый, слегка промодулированный с частотой ω *измеряемый* сигнал, характеризующий величину поглощения, и достаточно большой *опорный* сигнал, пропорциональный $\mathbf{B}_\omega(\omega t)$. Синхронный детектор выделяет из измеряемого сигнала напряжение V_ω на частоте ω, усиливает его, усредняет по времени τ, существенно превышающему $1/\omega$, выпрямляет и выдает на выходе постоянное напряжение, пропорциональное V_ω. Такое резонансное детектирование, осуществляется в очень узком диапазоне частот, в котором уровень шумов оказывается существенно ниже, чем у широкополосного шума, в результате чего отношение сигнал-шум многократно увеличивается. Очевидным требованием к подобным измерениям является малость амплитуды модуляции, которая не должна вносить заметные искажение в сигнал поглощения.

Частотный диапазон излучения, соответствующего зеемановскому расщеплению электронных уровней, лежит в области единиц или десятков гигагерц. Для работы с таким излучением применяется волноводная техника. Образец помещается в СВЧ волновод, который, в свою очередь, помещается в магнит. Поглощение излучения образцом регистрируется не непосредственно, а как часть общих потерь, существующих в волноводном тракте. Для того, чтобы выделить сигнал образца, тракт собирается в виде Т-образного моста, в центральную часть которого заводится излучение, а потери в плечах моста устанавливаются одинаковыми. Размещаемый посредине моста детектор излучения измеряет разность потерь, и

если они полностью симметричны, выдает нулевое напряжение. Для выравнивания потерь применяются устройства называемые *аттенюаторами,* а процедура выравнивания называется *компенсацией моста*. Если в скомпенсированном мосте возникают дополнительные потери, детектор выдает сигнал, пропорциональный возникающему разбалансу. Условия измерения оптимальны, когда в мосте устанавливается стоячая электромагнитная волна, т. е. длина волновода кратна полу-длине волны излучения. При этом поглощение излучения образцом становится максимальным, если он находится в пучности волны. Таким образом, прежде изучения поглощения излучения образцом необходимо отъюстировать длину волновода, выставить образец в пучность волны и скомпенсировать мост.

При комнатной температуре и относительно небольшом магнитном поле, создаваемом электромагнитом, поиск слабого сигнала поглощения является непростой задачей, поэтому лабораторная работа строится «от противного». Образец представляет собой ферромагнетик с сильным поглощением, сигнал которого надежно фиксируется без помощи синхронного детектирования. В ходе работы, ориентируясь на этот сигнал, необходимо оптимизировать и скомпенсировать измерительный тракт, подобрать режим модуляции, не возмущающий сигнал поглощения, после чего, уменьшив мощность СВЧ излучения на 3–4 порядка, измерить слабый сигнал поглощения методом синхронного детектирования.

Поглощение излучения ферромагнетиком адекватно моделирует форму линии поглощения парамагнетика, но при этом следует учитывать, что величина зеемановского расщепления энергетических уровней зависит от индукции поля в образце $\mathbf{B} = \mathbf{H} + 4\pi\mathbf{m}$, вклад в которую дает не только магнитное поле $\mathbf{H}$, но и намагниченность вещества $\mathbf{m}$. В парамагнетике, как правило, разницей между индукцией и приложенным магнитным полем можно пренебречь, тогда как спонтанная намагниченность ферромагнетика имеет ненулевую величину даже в отсутствие внешнего поля.

Поэтому при одинаковых значениях g фактора и частоты СВЧ излучения величины приложенных полей H, соответствующих резонансному поглощению в парамагнетике и ферромагнетике, будут различаться.

2 Описание установки

В лабораторной работе сигнал поглощения измеряется при комнатной температуре в режиме развертки магнитного поля вблизи значения $H \simeq 3$ кЭ при фиксированной частоте СВЧ излучения $\nu = 9316.5$ МГц, соответствующей длине волны $\lambda = 3.22$ см. В синхронном детектировании применяется модуляция магнитного пола с амплитудой $H_\omega \simeq 0.09$ Э на частоте $\nu_m = \omega/2\pi = 100$ кГц.

Измерительный тракт

Схема измерительного тракта экспериментальной установки представлена на рис. 2.1. СВЧ излучение создается генератором Г4-56 (1) и по гибкому волноводу (2) подается в волноводный тракт, одно плечо которого закреплено в электромагните (3). Элементы тракта имеют сечение $\sim 10.2 \times 22.9$ мм^2, соответствующее хорошим условиям распространения излучения заданной длины волны. Волноводный тракт выполнен в виде Т-образного моста (6), в средней точке которого находится детектор СВЧ излучения (7), а к плечам подсоединены аттенюаторы. Аттенюатор I (4) ослабляет мощность, ответвляемую в левую часть моста, в которой находится образец, а аттенюатор II (5) служит для уравновешивания потерь при компенсации моста.

Часть измерительного тракта, в которой находится образец, закреплена в зазоре сердечника электромагнита (3) в области высокой однородности постоянного магнитного поля **H**. В этой части находится измерительная зона, устройство которой показано на рис. 2.2. Волновод вставленный в оправку (3), фиксирующую его

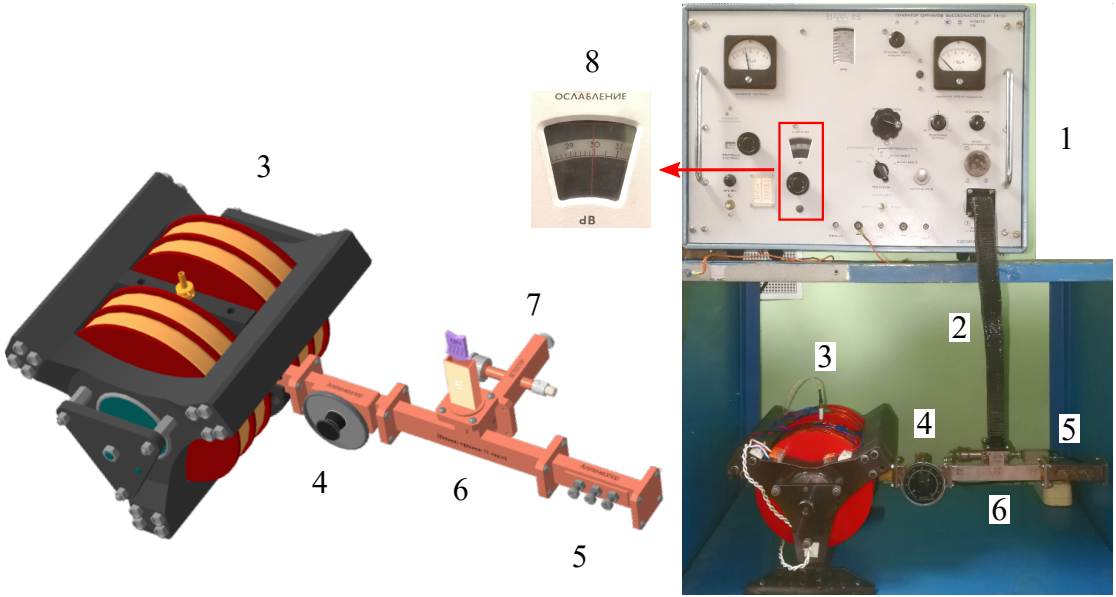


Рис. 2.1. Схема измерительного тракта: 1 — генератор Г4-56, 2 — гибкий волновод, 3 — электромагнит, 4 — аттенюатор I, 5 — аттенюатор II, 6 — Т-образный мост, 7— детектор, 8 — аттенюатор мощности излучения

в кожухе магнита (см. также левую панель рис. 2.1), зажат между сердечниками магнитопровода, один из которых (8) показан на рис. 2.2. Магнитное поле измеряется интегральным датчиком Холла (2) AD22151, питаемым высокостабильным источником напряжения ADR02. Такая схема позволяет измерять постоянную составляющую магнитного поля с разрешением не хуже 0.5 Гс.

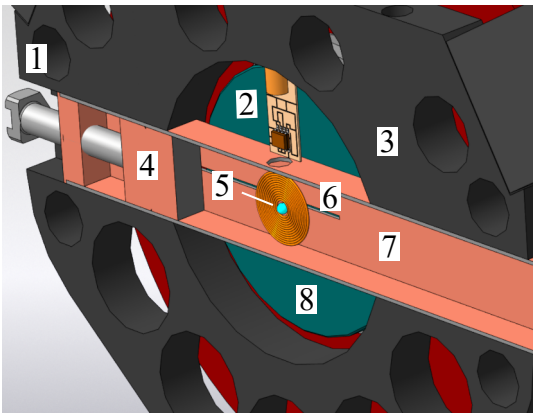


Рис. 2.2. Схема измерительной зоны: 1 — регулировочный винт, 2 — датчик Холла, 3 — поршень, 4 — образец, 5 — катушка модуляции, 6 — сердечник электромагнита, 7 — волновод

В левом конце волновода находится регулировочный винт (1) и закрепленный на нем подвижный поршень (4), служащий для настройки волновода. Винт и поршень связаны не жестко, поэтому при изменении направления вращения смещение поршня сопровождается люфтом порядка половины оборота винта. Длина хода поршня позволяет создать в измерительном тракте стоячую волну в широком диапазоне частот СВЧ излучения, однако для данной работы она ограничена вблизи настройки тракта на используемую длину волны. Исследуемый образец (5) расположен в волноводе таким образом, что при образовании стоячей волны он автоматически оказывается в ее пучности, поэтому в настройке

тракта можно ориентироваться на амплитуду сигнала поглощения образца, которая при оптимальной настройке должна быть максимальной.

Образец в форме шарика диаметром $\sim$ 0.3 мм помещен в центр плоской медной катушки (6), создающей модулирующее магнитное поле $\mathbf{B}_\omega(\omega t)$. Плоскость катушки параллельна широкой стенке волновода (7). Однослойная спиральная намотка и параллельная ориентация в волноводе обеспечивают минимальное поглощение и возмущение СВЧ волны катушкой вследствие малости ее доли ($\sim 0.1 \times 15\,\text{мм}^2$) в поперечном сечения волновода ($\sim 10.2 \times 22.9\,\text{мм}^2$).

Измерение сигнала поглощения

Сигнал поглощения измеряется с помощью приборов, показанных на рис. 2.3.

Источник питания IT6873A (4) питает магнит. Для повышения точности регистрации сигнала он работает в режиме стабилизации напряжения, изменяя его с минимальным шагом 1 мВ. Источником питания управляет программа, описанная в разд. **??**. Последовательно с магнитом, имеющим сопротивление $\sim$ 34 Ома, соединено балластное сопротивление 34 Ом, поэтому шагу 1 мВ соответствует изменение тока на $\sim$ 15 мкА или изменение поля на 0.05 Э. Обеспечивая хорошее разрешение величины магнитного поля, такая схема питания обладает недостатком. При прогреве магнита джоулевым теплом его сопротивление растет, поэтому область напряжений, соответствующих значениям тока питания магнита в области резонанса, смещается в сторону бóльших напряжений.[1] Вследствие этого в ходе эксперимента необходимо периодически подстраивать диапазон рабочих напряжений.

[1] Это не происходит, если питать магнит в режиме стабилизации тока, однако разрешение 100 мкА, обеспечиваемое источником питания IT6873A в данном режиме, недостаточно для проводимых измерений.

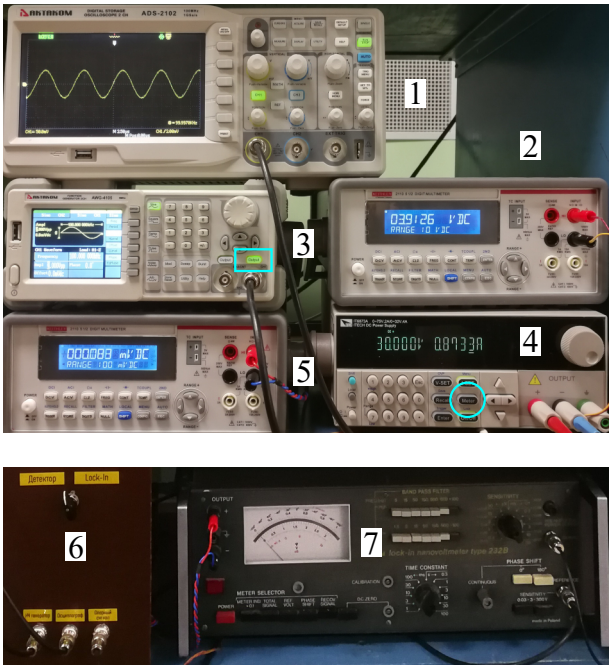


Рис. 2.3. Установка для измерения магнитного резонанса:
1 — осциллограф, 2 — вольтметр для измерения напряжения датчика Холла, 3 — низкочастотный генератор, 4 — блок питания магнита, 5 — вольтметр для измерения детектируемого сигнала, 6 — коммутационная панель, 7 — синхронный нановольтметр

Показания датчика Холла измеряет мультиметр Keithley 2110 (2), а описанная в разд. **??** измерительная программа переводит их непосредственно в значения магнитного поля.

В лабораторной работе используется два режима измерения сигнала поглощения. В первом детектируется большой сигнал, по-

лучаемый без ослабления мощности СВЧ излучения. В этом случае напряжение с детектора подается непосредственно на мультиметр Keithley 2110 (5). В режиме синхронного детектирования сигнал детектора измеряет синхронный нановольтметр «**unipan** lock-in nanovoltmeter type 232B» (7), а на мультиметр выводится напряжение с его выхода. Режим измерений устанавливает переключатель коммутационной панели (6). Схема коммутации сигналов в различных режимах приведена в прил. А.

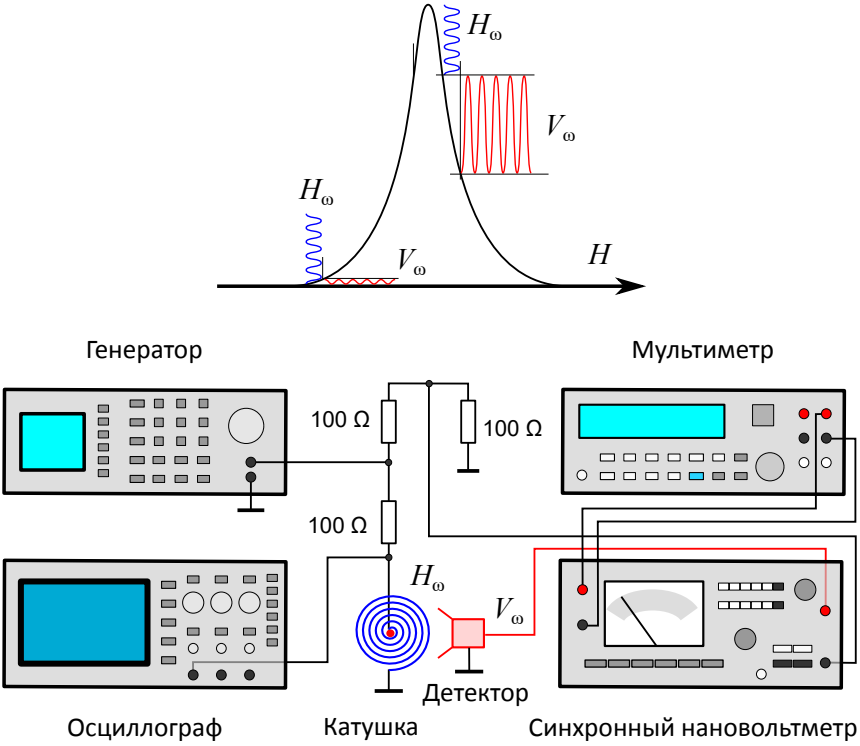


Рис. 2.4. Схема измерения переменных сигналов

Используемая в работе схема модуляции сигнала поглощения показана на рис. 2.4. Генератор AWG-4105 задает частоту ω и амплитуду напряжения, используемого для формирования опорного сигнала и модулирующего магнитного поля H_ω. Напряжение генератора через сопротивление 470 Ом питает плоскую катушку, создающую переменное магнитное поле H_ω. Для контроля поля используется осциллограф ADS-2102 [см. также (1) на рис. 2.3], измеряющий напряжение на катушке. Через делитель 620:1300 Ом переменное напряжение подается на вход опорного сигнала синхронного нановольтметра. Переменное поле H_ω модулирует поглощение СВЧ излучения образцом, расположенным в центре катушки. Модулированный сигнал поглощения регистрирует детектор, подсоединенный к измерительному входу нановольтметра, который выделяет из возникающего на детекторе напряжения переменную составляющую V_ω, усиливает ее, выпрямляет и выводит на выход, подсоединенный к мультиметру Keithley 2110.

Измерения методом синхронного детектирования имеют ряд специфических особенностей. Амплитуда модулирующего поля мала по сравнению с приложенным постоянным полем. Возникающее переменное напряжение соответствует изменению сигнала поглощения $V(H)$ в пределах от H до $H + |H_\omega|$. Как показано на верхней панели рис. 2.4, амплитуда напряжения V_ω определяется крутизной зависимости $V(H)$ и, если величина H_ω много меньше ширины линии поглощения, она равна производной dV/dH. В настоящей работе полная ширина линии поглощения, составляющая примерно 10 Э, более чем в 150 раз превышает амплитуду модуляции поля, примерно равную $H_\omega \simeq 60$ мЭ.[2]

Одной из операций синхронного детектирование является усреднение переменного сигнала по времени существенно превышающем период модуляции. Чем больше время усреднения,

[2]Мы будем называть амплитудой полный размах изменения H_ω от минимума до максимума.

тем меньше шумы измерения, чем больше частота модуляции, тем меньше времени необходимо для качественного усреднения. Вместе с тем, сам сигнал не должен изменяться сильно за время усреднения, поэтому оно должно быть согласовано со скоростью развертки сигнала. В настоящей работе скорость измерений оптимизируется при времени усреднения сигнала 1 с и развертке напряжения источника питания магнита 1 мВ за 0.2 с, соответствующей скорости развертки поля $\sim$ 250 мЭ/с.

Сигнал, поступающий на измерительный вход синхронного детектора, обычно сдвинут по фазе относительно опорного сигнала, а для корректного выделения измеряемого сигнала их фазы должны быть одинаковы, поэтому опорный канал оснащается фазовращателем, позволяющим выровнять фазы двух сигналов. Если фаза опорного сигнала подобрана неправильно, измеряемый сигнал может оказаться искаженным.

Лицевая панель синхронного нановльтметра «**unipan** lock-in nanovoltmeter type 232B» показана на рис. 2.5. Слева на ней находится многофункциональная панель индикации сигналов (5) и клавишные переключатели режимов индикации (6). Данная панель позволяет посмотреть амплитуду опорного сигнала, сдвиг фаз опорного и измеряемого сигналов, амплитуду измеряемого сигнала и т.д. Клавиша, включающая индикацию измеряемого сигнала, обведена кружком.

Слева от панели находятся клеммы выхода прибора (4). Хотя панель индикации показывает сигналы лишь одной полярности, выходной сигнал, выводимый на клеммы (4), изменяется от -15 до $+15$ В.

Опорный сигнал подается на вход (8). Клавишные переключатели (9) позволяют выбрать диапазон амплитуды опорного сигнала от 0.03 В до 300 В, а также инвертировать его, т. е. сдвинуть фазу сигнала на 180°. Слева расположена ручка плавной подстройки фазы опорного сигнала (10). В данной работе амплитуда опорного сигнала не превышает 3-х Вольт.

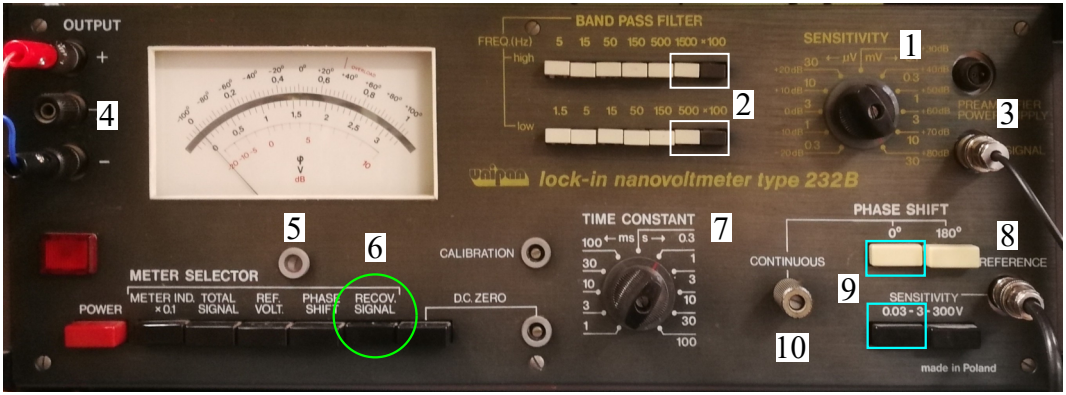


Рис. 2.5. Лицевая панель синхронного нановольтметра: 1 — переключатель чувствительности измерений, 2 — полосовой фильтр, 3 — вход измеряемого сигнала, 4 — выход прибора, 5 — панель индикации сигналов, 6 — переключатель панели индикации сигналов, 7 — переключатель времени интегрирования измеряемого сигнала, 8 — вход опорного канала, 9 — переключатели опорного канала, 10 — фазовращатель опорного канала

В центральной верхней части прибора находятся переключатели фильтров (2), ограничивающие верхнюю и нижнюю границу диапазона частот измеряемого сигнала, который должен быть настроен на диапазон от 50 до 150 кГц. Под ними располагается переключатель (7), позволяющий установить время усреднения сигнала от 1 мс до 100 с. В настоящей работе все измерения проводятся на пределе 1 с.

Измеряемый сигнал подается на вход (3). Переключатель (1) позволяет выбрать чувствительность измерений. В режиме, не использующем синхронное детектирование, он должен находиться в крайнем правом положении «30 mV +80dB». Максимальная чувствительность на пределе «0.3 μV -20dB» в настоящей работе не используется.

Внимание !	Не отключайте соединительные кабели от входов и выходов прибора!

3 Выполнение работы

3.1 Включение приборов

Перед включением приборов, приведенных на рис. 2.3, убедитесь, что они имеют следующие настройки.

- Переключатель режима измерений находится в положении «Детектор»,

- Настройки синхронного нановольтметра, лицевая панель которого показана на рис. 2.5:

  - переключатель чувствительности «SENSITIVITY» (1) находится в крайнем правом положении «30 mV +80dB»,
  - заключенные в рамку клавиши переключателей опорного канала (9) находятся в положении «PHASE SHIFT 0°» и «SENSITIVITY 0.03–3 V»,
  - обведенная кружком клавиша переключателя панели индикации (6) находится в положении «RECOV. SIGNAL»,

- выходная мощность СВЧ генератора Г4-56, устанавливаемая нимбом «Ослабление» [рис. 2.1, (8)] находится в положении «0 dB».

Включите мультиметры Keithley 2110 (2), (5) и источник питания IT6873A (4), показанные на рис. 2.3. Чтобы видеть ток питания магнита, на лицевой панели источника нажмите клавишу «Meter», обведенную кружком на рис. 2.3. Включите СВЧ генератор Г4-56, синхронный нановольтметр «**unipan** lock-in nanovoltmeter type 232B» (7), осциллограф ADS-2102 (1) и генератор AWG-4105 (3).

Включите компьютер и загрузите программу FMR-U. В ее рабочем окне установите «Начальное напряжение» 58.0 В, «Диапазон» 0.5 В, «Шаг» 1 мВ, «Интервал» 200 мс. Запустив программу кнопкой «Старт», посмотрите ток, устанавливающийся через 3-5 секунд после запуска. Его значение должно быть в диапазоне от 0.871 А до 0.872 А. Остановите развертку тока клавишей «Стоп». При необходимости скорректируйте значение «Начальное напряжение», изменяя его с шагом 0.1 В до тех пор, пока значение тока не установится в указанных пределах.

Внимание **!**	При нагреве или охлаждении магнита в процессе измерений диапазон значений развертки тока будет меняться, поэтому величину «Начального напряжения» необходимо подстраивать, когда измеряемый сигнал станет прописываться не полностью.

Запустите измерительную программу Meter. Разверните ее рабочее окно во весь экран и, нажав правой клавишей мыши на название нижней оси, выключите режим «AutoScale X». Интерфейс программы Meter и особенности ее взаимодействия с программой FMR (аналог программы FMR-U) подробно описаны в лабораторной работе «Ферромагнитный резонанс».

3.2 Процедура измерений

Компенсация измерительного моста

1. Вкрутите винт поршня в измерительный тракт, показанный на рис. 2.1, до упора, но без усилия. Измерьте сигнал поглощения.

2. (i) Подбирая положение аттенюатора (1), уменьшите до минимума разбаланс моста, ориентируясь на показания прибора, измеряющего сигнал детектора СВЧ излучения [мультиметр (5) на рис. 2.3]. Аттенюатор I переключается на фиксированные положения, дающие грубую настройку. Находясь в фиксированном положении, аккуратно покрутите нимб аттенюатора влево и вправо, найдя минимум сигнала. (ii) Вкручивая или выкручивая правый винт аттенюатора II, расположенного на правом конце моста, сведите разбаланс к минимуму. Повторив при необходимости операции (i) и (ii) сведите разбаланс до уровня 0.1–0.3 мВ. Измерьте сигнал поглощения.

3. Выкрутите винт поршня на пол-оборота. Скомпенсируйте разбаланс моста до уровня 0.1–0.3 мВ, выполнив операции (i) и (ii). Измерьте сигнал поглощения. Повторите указанные действия вплоть до трех полных оборотов винта.
4. Сравните амплитуды сигналов поглощения при разных положениях образца в измерительном тракте. Выберите положение, соответствующее максимальному сигналу и установите его, вновь вкрутив винт до упора и выкрутив его на нужное число оборотов.[3] Скомпенсируйте мост, измерьте сигнал поглощения и убедитесь, что образец находится в пучности волны.

Настройка режимов модуляции сигнала

Рис. 3.1. Пример показаний дисплея генератора AWG-4105

1. Установите на генераторе AWG-4105 (3) частоту 1 kHz, напряжение 20 Vpp, режим генерации меандра (Square) и нажмите кнопку «Output», обведенную на рис. 2.3 рамкой. Измерьте сигнал поглощения, объясните его форму.

[3] Как говорилось ранее, вращение винта в обратном направлении сопровождается люфтом перемещения поршня. Чтобы избежать его влияние на выставляемое положение поршня, процедуру нужно выполнить в указанном порядке.

2. Измените форму сигнала на синус (Sine), измерьте сигнал поглощения, попробуйте объяснить изменение его формы.
3. Уменьшите амплитуду сигнала до 1 Vpp, затем увеличьте его частоту до 10 кГц и 100 кГц. При каждом действии измерьте сигнал поглощения. Показания дисплея генератора в конце выполненных действий представлены на рис. 3.1.
4. Убедитесь, что модуляция не возмущает сигнал поглощения, сравнив сигналы, измеренные с модуляцией и без нее.

Измерение сигнала поглощения

1. Установите переключатель режима измерения (6) в положение «Lock-in» (см. рис. 2.3).
2. Установите предел измерения нановольтметра «1 mV +50dB» (см. рис. 2.5). Плавно вращая регулятор (10) «CONTINUOUS» на лицевой панели нановольтметра, с точностью не хуже 0.1 В установите его выходное напряжение в нуль. Измерьте сигнал поглощения и объясните его форму. Если амплитуда сигнала поглощения окажется менее ± 3 В, переключитесь на предел «1 mV +40dB», установите нуль выходного напряжения и повторите измерения.
3. Ослабьте на порядок мощность СВЧ излучения, выставив нимб «ОСЛАБЛЕНИЕ» генератора Г4-56 в положение 10 dB [см. рис. 2.1 (8)]. Повысьте на порядок чувствительность нановольтметра, установите нуль выходного напряжения и измерьте сигнал поглощения. Если выставить нуль сразу не удается, перейдите на более грубый предел измерения, выставите нуль, переключитесь на более чувствительный предел и повторите операцию.
4. Выполните аналогичные действия, ослабив мощность СВЧ излучения до 20 dB, 30 dB и 35 dB. Для каждого значения из-

мерьте сигналы поглощения, повышая чувствительность нановольтметра, не переходя предела «1 μV -10dB». Если выставить нуль сразу не удается, перейдите на более грубый предел измерения, выставите нуль, переключитесь на более чувствительный предел и повторите операцию.

5. Переключите предел измерения нановольтметра в положение «30 mV +80dB», установите переключатель режима измерения (6) в положение «Detector» и измерьте сигнал поглощения. Сравните сигналы, полученные с использованием синхронного детектирования и без него.

3.3 Выключение приборов

- Выставьте нимб «ОСЛАБЛЕНИЕ» генератора Г4-56 в положение 0 dB и выключите прибор «unipan lock-in nanovoltmeter type 232B»«unipan ».
- Закройте программу FMR-U и выключите блок питания магнита IT6873A.
- Нажмите клавишу «Exit» рабочего окна программы Meter и закройте программу. Выключите остальные приборы и компьютер.

Для подготовки отчета по лабораторной работе скопируйте себе данные измерений.

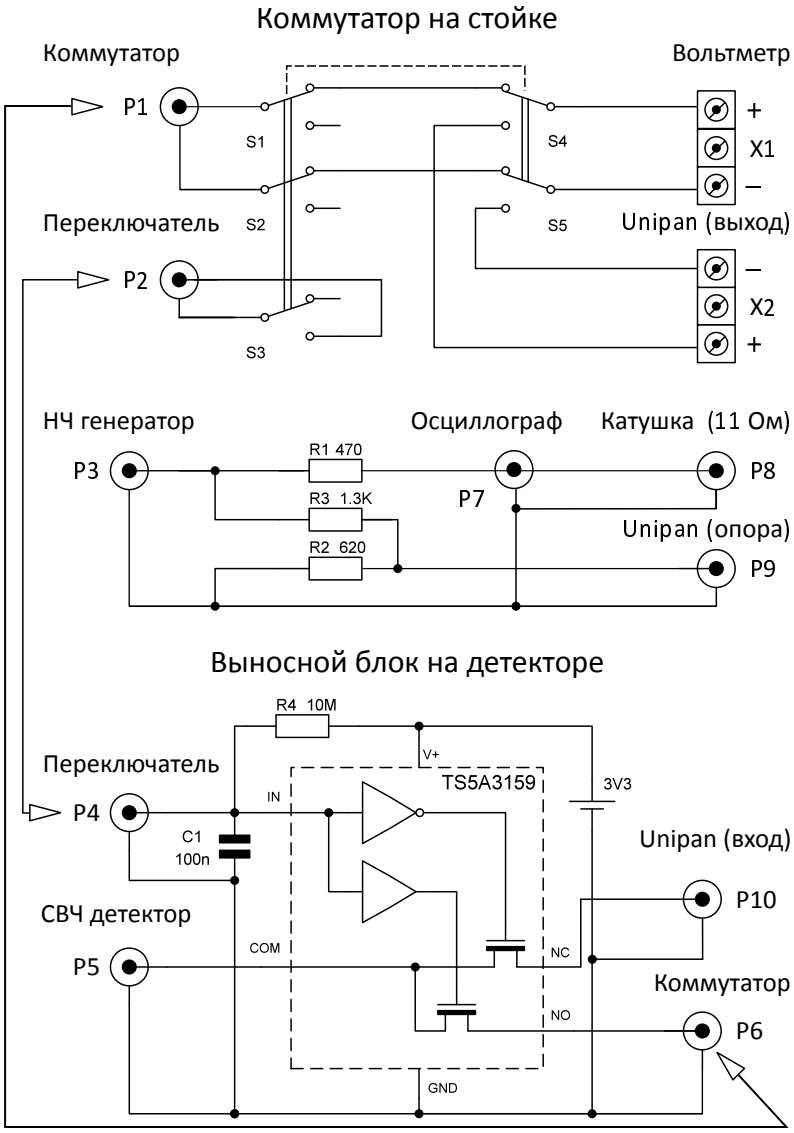
4 Обработка результатов

В отчете по лабораторной работе обсудите следующие детали выполненных экспериментов.

- Постройте сигналы поглощения, измеренные на несбалансированном и скомпенсированном мосте. Объясните различие форм сигналов.

- Постройте сигналы поглощения снятые при питании катушки модуляции напряжением в форме меандра и синуса различных частот и амплитуд. Объясните формы сигналов.
- Постройте сигналы поглощения снятые методом синхронного детектирования при различных мощностях СВЧ излучения. Объясните форму сигналов.
- Из полученных данных оцените g фактор исследуемого материала и погрешность его определения. Обсудите, какой из факторов — ошибка измерения магнитного поля, влияние модуляции, нестабильность амплитуды и частоты модуляции, нестабильность частоты СВЧ излучения —, дает наибольший вклад в погрешность. Объясните отклонение величины g фактора от значения равного двум.

Приложение А



Оглавление