

УДК 539.1.078

Хандожко О.Г.<sup>1</sup>, Слинко Є.І.<sup>2</sup><sup>1</sup> Чернівецький держуніверситет ім. Ю. Федьковича<sup>2</sup> Чернівецьке відділення ІПМ НАН України

## МОДИФІКОВАНИЙ ІНДУКЦІЙНИЙ ДАВАЧ ЯДЕРНОГО МАГНІТНОГО РЕЗОНАНСА ДЛЯ СПЕКТРОМЕТРА ШИРОКИХ ЛІНІЙ

© Хандожко О.Г., Слинко Є.І., 2000

**Модифікована форма приймальної котушки індукційного давача ЯМР так, що її профіль щодо високочастотного (в.ч.) поля  $H_1$  та поля модуляції  $H_m$  є максимально симетричним і має мінімальну площу. Завдяки цьому послаблюється наведена в.ч. напруга з передавача на вхід спектрометра не менше ніж на 100 дБ. Використання модифікованого давача дозволило досліджувати спектри ЯМР ізотопів  $^{207}\text{Pb}$ ,  $^{119}\text{Sn}$  та  $^{125}\text{Te}$  в напівпровідниках типу  $A_4B_6$ .**

**The shape of the receiving coil of the inductive sensor is modified in such a way that its profile concerning a high-frequency field  $H_1$  and modulation field  $H_m$  is maximally symmetrical and has the minimum area. Due to this the induced high-frequency voltage from the transmitter on an input of a spectrometer is attenuated, not less than on 100 dB. The application of the modified sensor has allowed to explore NMR spectra of  $^{207}\text{Pb}$ ,  $^{119}\text{Sn}$ ,  $^{125}\text{Te}$  isotopes in semiconductors of  $A_4B_6$  type .**

Незважаючи на значні досягнення в галузі експериментальної техніки спектроскопії ЯМР (особливо це стосується імпульсних методів з Фур'є-перетворенням спектрів) дослідження багатьох об'єктів залишається складним завданням. Зокрема це стосується і напівпровідникових сполук типу  $A_4B_6$  з високою електропровідністю і малою інтенсивністю резонансних сигналів ізотопів  $^{207}\text{Pb}$ ,  $^{117}\text{Sn}$ ,  $^{119}\text{Sn}$  та  $^{125}\text{Te}$ . Для ЯМР – досліджень таких матеріалів традиційно застосовуються методи стаціонарної радіоспектроскопії. У роботі запропонований оригінальний метод покращання чутливості спектрометра широких ліній ЯМР –модифікацією індукційного давача.

Збільшення інтенсивності резонансних сигналів у спектрометрах ЯМР, які працюють у режимі неперервного проходження спектрів, можливо за рахунок підвищення в.ч. поля  $H_1$  при виконанні умови  $\gamma^2 H_1^2 T_1 T_2 < 1$ , де  $\gamma$  – гіромагнітне відношення,  $T_1$  і  $T_2$  – часи спіно-гратчастої та спіно-спінової ядерної релаксації. [1]. Але навіть в давачах індукційного типу (як з схрещеними котушками, так і з однокотушковими мостовими спіно-детекторами) збільшення потужності в.ч. поля на досліджуваному зразку обмежено наведенням напруги основної несучої частоти передавача на вхід попереднього підсилювача спектрометра. Зменшити вплив наведеної в.ч. напруги можна за допомогою повного розділення у просторі приймальної і передавальної в.ч. котушок [2]. Магнітний зв'язок між спіновою системою та передавальною котушкою здійснюється за допомогою в.ч. трансформатора, який утворю-

ється екраном-корпусом самого давача. Завдяки просторовому розділенню приймальної та передавальної котушок ємнісний зв'язок між ними, практично, відсутній, тому послаблення наведеної напруги передавача у приймальному контурі становить не менше 80 дБ. Незважаючи на те, що котушки електростатично ізольовані між собою, радіочастотне поле все-таки діє на приймальну котушку. Тому її форма і якість виготовлення впливають на чутливість спектрометра та стійкість балансу індукційного давача упродовж тривалого часу. Останнє має важливе значення при цифровому накопиченні слабких сигналів.

В індукційному давачі, що описаний у роботі [2], намотування приймальної котушки виконано у вигляді спіралі з напівцілою кількістю витків (рис.1). Такий спосіб виготовлення котушки придатний під час досліджування протонних та інших спектрів ЯМР, де застосовують невеликі рівні  $H_1$ .

Проте недоліком такої котушки є виникнення асиметрії в її проекції на площину, яка ортогональна вектору в.ч. поля. Фактично створюється ефективний виток (рис.1, а), який є джерелом паразитної ЕРС на частоті передавача. Для послаблення такої напруги необхідно мати додаткові механічні юстування самої приймальної котушки відносно в.ч. потоку. Повна компенсація залишкової напруги на вході спектрометра при підвищених рівнях поля  $H_1$  досягається лише при глибокому регулюванні фази та амплітуди в.ч. потоку. Це здійснюється за рахунок розташування мідної лопатки та витка Уівера

[1] безпосередньо біля приймальної котушки. Проте останнє призводить до короткотривалої компенсації, оскільки вона стає більш чутливою до температури та акустичних перешкод.

Другим джерелом наведення паразитного сигналу на приймальний контур є пряма дія поля низькочастотної модуляції  $H_m$  на ефективний виток, що створюється в проекції на

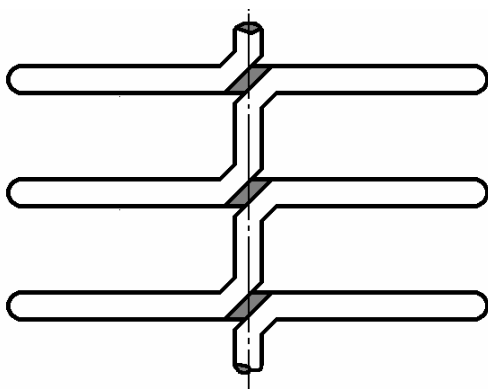


Рис.2. Послідовне з'єднання витків приймальної котушки.

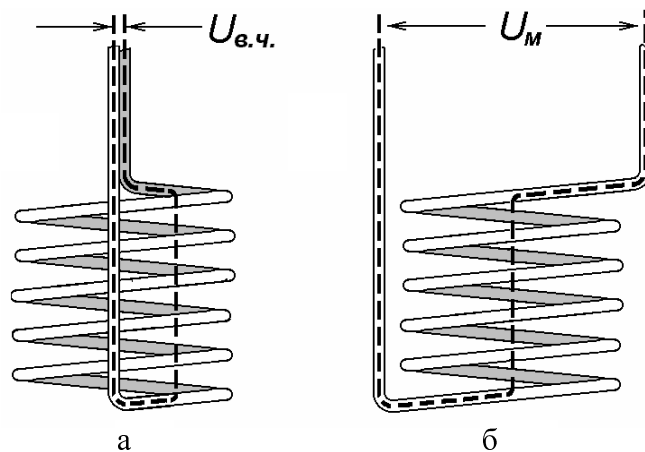


Рис.1. Форма приймальної котушки до модифікації [2]: а – профіль котушки в напрямку  $H_1$ ; б – профіль котушки з боку модулюючих котушок.

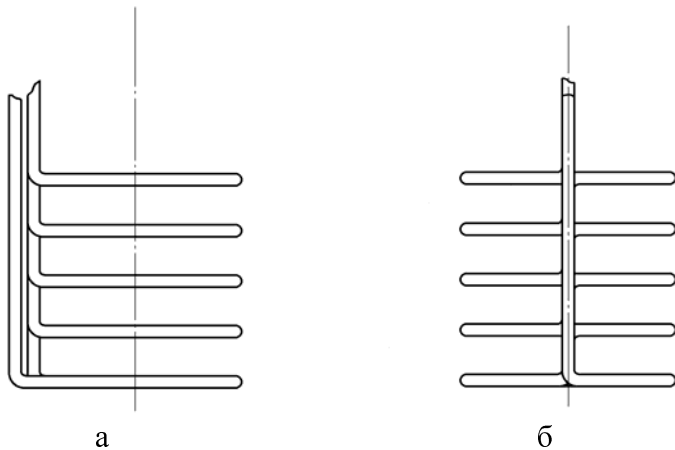
Пунктиром виділені витки, утворені асиметрією форми приймальної котушки.

площини, в яких розташовані модуляційні котушки (рис.1, б). Під час реєстрації широких спектрів ЯМР методом неперервного проходження створюється синхронна завада, яка заважає детектуванню слабких сигналів. Вказані недоліки такого давача обмежують граничну чутливість спектрометра ЯМР.

Для досягнення тривалої компенсації залишкової напруги при підвищених рівнях в.ч. потоку приймальна котушка виготовлена нами у вигляді набору з'єднаних між собою плоских дротяних витків. Послідовне з'єднання здійснюється перемичками з того ж самого дроту, який

зігнуто під прямим кутом до площини витка (рис.2). Тим самим значно зменшено (порівняно з відомими давачами подібного типу) площу проєкцій котушки на вищезгадані площини.

Після такої модифікації профіль котушки визначається лише розмірами намотаного дроту і стає більш симетричним відносно в.ч. потоку (рис.3).

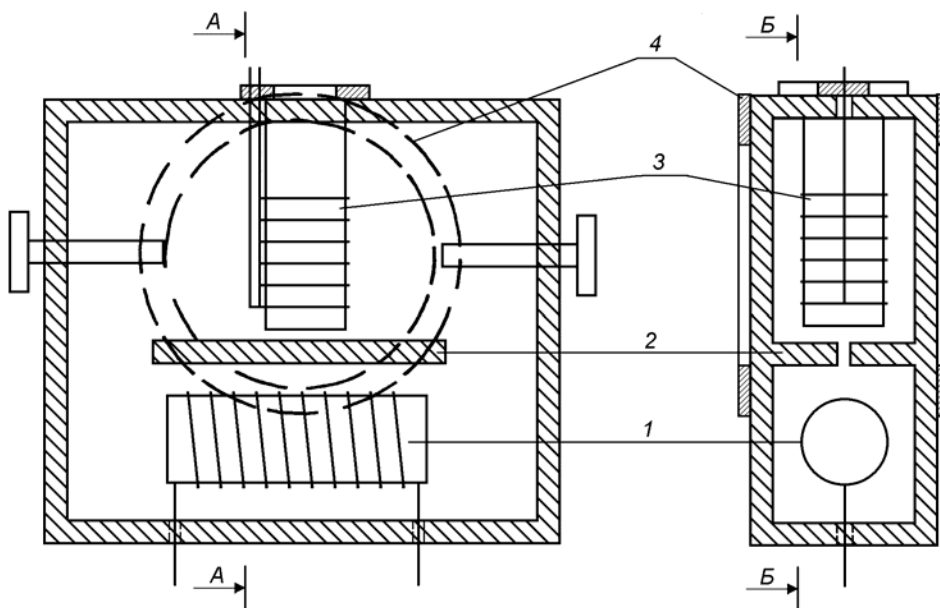


**Рис.3.** Форма приймальної котушки після модифікації:  
а – проєкція котушки на площину, нормальну до вектора  $H_m$ ; б – проєкція котушки на площину, нормальну до вектора  $H_1$ .

Отже, підвищено степінь розв'язки приймального контуру відносно в.ч. передавача спектрометра і модуляційних котушок та збільшено загальну стабільність давача.

Наведемо приклад параметрів приймальної котушки, яка розрахована на робочу частоту 13,5 МГц: діаметр котушки – 10 мм; довжина котушки – 10 мм; діаметр мідного дроту – 0,18 мм; відстань між витками – 0,5 мм. Намотані витки укладені в канавку, яку спеціально пропилено на кварцовому склі каркасу котушки. З метою підвищення температурної стабільності регульовальні стрижні з мідною лопаткою

та витком Уівера, як і корпус котушки, вироблені з кварцового скла, а екран-корпус самого давача зроблено фрезуванням з суцільного мідного блока. Модифікований індукційний давач зображений на рис.4.



**Рис.4.** Видяк модифікованого індукційного давача:  
1 – передавальна котушка; 2 – екрануюча перегородка зі щілиною; 3 – приймальна котушка; 4 – модулюючі котушки.

Аналіз роботи модифікованого давача засвідчив, що рівень паразитних наведень на приймальну котушку значно зменшився. При цьому компенсація залишкової напруги на вході спектрометра становила майже 100 дБ. Порівняно з відомими аналогами тут був досягнутий стійкий амплітудний та фазовий баланс при значеннях в.ч. поля  $H_1$ , більше 300 мГс на робочій частоті 13,5 МГц. Описаний давач дозволив провести дослідження ЯМР ізотопів  $^{207}\text{Pb}$  в  $\text{PbTe}$  з різними домішками та  $^{119}\text{Sn}$ ,  $^{125}\text{Te}$  в  $\text{SnTe} : \text{Mn}$  [3], де інтенсивність резонансних сигналів відносно мала. У згаданих сполуках виявлено значне розширення ліній ЯМР, спричинене не тільки сильною надтонкою взаємодією ядерних спінів з носіями струму, але й наявністю магнітної домішки. Відсутність помітного насичення резонансів для цих ізотопів при максимальних значеннях напруженості в.ч. поля (250...300 мГс) дає змогу суттєво збільшити співвідношення сигнал/шум під час реєстрації спектрів ЯМР. Спостереження широких резонансних ліній передбачає високі рівні низькочастотної модуляції поляризованого магнітного поля  $H_0$ , що й забезпечується розробленим давачем.

Модифікований індукційний давач дав змогу провести дослідження на монокристалічних зразках у вигляді прямокутних пластин, розміщених у котушці так, що магнітне поле  $H_0$  ортогонально до пластини, а  $H_1$  направлено вздовж її площини. Проведення досліджень ЯМР при температурі рідкого азоту проводилося у мініатюрному кріостаті, розміщеному безпосередньо в приймальній котушці давача.

[1] Леше А. Ядерная индукция. М., 1963.

[2] Arnold J.T. Magnetic resonances of protons in ethyl alcohol // Phys.Rev. 1956. Vol.102. № 1. P.136–150.

[3] Сльнько В.В., Сльнько Е.И. Хандожко А.Г. Особенности спектров ядерного магнитного резонанса  $^{119}\text{Sn}$  и  $^{125}\text{Te}$  в  $\text{SnTe}$  и  $\text{SnTe}:\text{Mn}$  // Физика и техника полупроводников. 1997. Т.31. № 10. С.1187–1191.