

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ЧЕРНІВЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ ЮРІЯ ФЕДЬКОВИЧА**

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ “ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА”**

Кваліфікаційна наукова  
праця на правах рукопису

**САМІЛА АНДРІЙ ПЕТРОВИЧ**

УДК 621.373.52:539.1.078

**ДИСЕРТАЦІЯ**

**Структурний та функціональний синтез радіоелектронних засобів  
імпульсної спектроскопії матеріалів з квадрупольними ядрами атомів**

05.12.13 – радіотехнічні пристрої та засоби телекомунікацій  
(шифр і назва спеціальності)

05 «Технічні науки»  
(галузь знань)

Подається на здобуття наукового ступеня  
доктора технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей,  
результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

/А.П. Саміла/  
(підпис, ініціали та прізвище здобувача)

Науковий консультант –  
Політанський Леонід Францович,  
д.т.н., професор

*Ідентичність всіх примірників дисертації*

**ЗАСВІДЧУЮ:**

*Вчений секретар спеціалізованої  
вченої ради*

**/І.В. Демидов/**

Чернівці – 2018

## АНОТАЦІЯ

*Саміла А.П.* Розроблення портативного радіоспектрометра ядерного квадрупольного резонансу із покращеними сигнальними та енергетичними характеристиками. - Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.12.13 «Радіотехнічні пристрої та засоби телекомунікацій» (172 – Телекомунікації та радіотехніка). – Чернівецький національний університет імені Юрія Федьковича, Національний університет “Львівська політехніка” МОН України, Чернівці, 2018.

Дисертація присвячена розробленню наукового базису та апаратно-програмній реалізації принципово нових рішень експериментальних методів імпульсної Фур'є та релаксаційної спектроскопії ядерного квадрупольного резонансу.

Наукові дослідження і розробки, що представлені в дисертаційній роботі базуються на вирішенні задач аналізу, синтезу, оптимізації структурних та принципів схем і режимів їх роботи. Це уможливило досягнення мети дослідження – апаратно-програмної реалізації портативного радіоспектрометра ядерного квадрупольного резонансу із покращеними сигнальними та енергетичними характеристиками шляхом схемного синтезу та оптимізації режимів роботи.

Розроблено імітаційну модель імпульсного методу спостереження ядерного квадрупольного резонансу на основі базової структури однокотушкового когерентного Фур'є-радіоспектрометра без перетворення несучої частоти. Проведено комп'ютерне моделювання сигнальних перетворень сигналу вільної індукції та спінової луни в радіочастотних трактах імпульсного радіоспектрометра при синусоїдальному та шумовому збудженні резонансу.

Досліджено залежності характеристик енергетичних спектрів сигналу на виході передавача імпульсного спектрометра ядерного квадрупольного



резонансу від тривалості імпульсів збудження синусоїдального та шумового заповнення. Проведено розрахунок та розроблений лабораторний макет енергоефективного широкосмугового передавача, що може бути використаний при вивченні ізотопів з квадрупольними моментами  $^{14}\text{N}$ ,  $^{35}\text{Cl}$ ,  $^{63}\text{Cu}$ ,  $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{71}\text{Ga}$ ,  $^{113}\text{In}$ ,  $^{115}\text{In}$  та ін.

Методом кінцевих елементів проведено числове моделювання топології напруженості високочастотного поля в робочій зоні приймально-передавальної котушки спектрометра з метою забезпечення обмеженої зони сканування досліджуваного зразка та ефективної взаємодії високочастотного поля з кристалом збудження і прийому сигналу ядерної спінової індукції.

Проведено параметричне оцінювання ефективності алгоритмів генерування найбільш придатних для синтезу цифрових періодичних сигналів на основі вбудованих апаратних систем. Синтаксис моделювання динамічних режимів логікових структур уможливив розроблення для релаксаційної спектроскопії ядерного квадрупольного резонансу алгоритмів формування багатоімпульсних послідовностей Хана, Карра-Паррселла, Мейбума-Гілла.

Запропоновано алгоритми функціонування та лабораторний макет цифрової системи керування імпульсним Фур'є радіоспектрометром ядерного квадрупольного резонансу, що уможливлюють налаштування усіх необхідних режимів роботи та оперативного контролю за проведенням радіофізичного експерименту.

На основі програмного та апаратного забезпечення фірми "Altera" та систем автоматизованого проектування Quartus II і Altium Designer розроблено конфігураційні структури і принципові схеми синтезатора частот, програматора багатоімпульсних послідовностей, аналогових високочастотних модулів та системи керування радіоспектрометром.

Розроблено апаратно-програмну систему збору даних для імпульсного спектрометра ядерного квадрупольного резонансу. Шляхом використання засобів графічного об'єктно орієнтованого програмування синтезовано

віртуальний інструмент LabVIEW, що забезпечує візуалізацію та оброблення даних сигналів ядерної спінової індукції.

З метою дослідження якості та вивчення сенсорних властивостей проведено експериментальні спостереження ядерного квадрупольного резонансу в малих об'ємах шаруватих напівпровідникових кристалів *GaSe* та *InSe* з використанням імпульсного когерентного лабораторного радіоспектрометра на основі багатофункціонального програмно-керованого цифрового обчислювального ядра.

Ключові слова: спектрометр ядерного квадрупольного резонансу, імпульсне збудження, енергоефективний передавач, програмована логікова інтегральна схема, синтез частот, програматор послідовностей, система збору даних, віртуальний інструмент, сенсорні властивості, шаруваті напівпровідникові кристали.

Список публікацій здобувача:

*Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати дисертації:*

1. Григорчак І.І. Фізичні процеси у супрамолекулярних ансамблях та їх практичне застосування: монографія / І.І. Григорчак, Б.А. Лукіянець, А.Ю. Підлужна, Л.Ф. Політанський, Г.В. Понеділок, А.П. Саміла, О.Г. Хандожко. – Чернівці: Видавництво ЧНУ ім. Ю. Федьковича, 2016. – 536 с. (Монографія, ISBN 978-966-423-366-5)

2. Samila A. Energy efficiency increase of NQR spectrometer transmitter at pulse resonance excitation with noise signals / A. Samila, V. Khandozhko, L. Politansky // Solid State Nuclear Magnetic Resonance. – 2017. – Vol. 87. – P. 10-17. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0926-2040; IF: 2.1)

3. Samila A. Peculiarities of using s-simulation for parametric identification of multiplet  $^{115}\text{In}$  NQR spectra in *InSe* / A. Samila // Measurement. – 2017. – Vol. 106. – P. 109-115. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0263-2241; IF: 2.4)

4. Самила А.П. Широкополосный энергоэффективный усилитель мощности для импульсного я.к.р.-спектрометра / А.П. Самила, Л.Ф. Политанский, В.А. Хандожко // Приборы и техника эксперимента. – 2016. – № 3. – С. 153-154. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0032-8162; IF: 0.6)

5. Samila A.P. Prompt Quality Monitoring of InSe and GaSe Semiconductor Crystals by the Nuclear Quadrupole Resonance Technique / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.A. Khandozhko, and Z.D. Kovalyuk // Semiconductors. – 2016. – Vol. 50, No. 8. – P. 1034-1037. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 1063-7826; IF: 0.9)

6. Bobalo Yuriy. Implementation of pulsed radiospectroscopy methods of NQR based on FPGA / Yu. Bobalo, Z. Hotra, O. Hotra, L. Politans'kyu, A. Samila // Metrol. Meas. Syst. – 2015. – Vol. 22, Issue 3. – P. 363-370. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0860-8229; IF: 1.6)

7. Samila A. Simulation of magnetic field topology in a saddle-shaped coil of nuclear quadrupole resonance spectrometer / A. Samila // Progress In Electromagnetics Research Letters. – 2015. – Vol. 56. – P. 83-88. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus; ISSN 1937-6480; IF: 0.7)

8. Ластівка Г.І. Температурна залежність спектрів ЯКР і параметрів кристалічної ґратки InSe / Г.І. Ластівка, А.П. Саміла, М.Д. Паранський, З.Д. Ковалюк, В.Н. Балазюк, В.О. Хандожко // Ж. нано- електрон. фіз. – 2017. – Т. 9, № 2. – С. 02023-1-4. (Наукове фахове видання; індексується Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

9. Саміла А.П. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук GaSe та InSe / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Ж. нано- електрон. фіз. – 2016. – Т. 8, № 4. – С. 04081-1-4. (Наукове фахове видання; індексується Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

10. Саміла А.П. Ядерний квадрупольний резонанс і сенсорні властивості шаруватих напівпровідникових кристалів GaSe та InSe / А.П. Саміла, В.О. Хандожко, З.Д. Ковалюк // Ж. нано-електрон. фіз. – 2015. – Том 7, № 3. – С. 03024-1-5. (Наукове фахове видання; індексується Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

11. Саміла А.П. Генерація гармонічного коливання для синтезу цифрових сигналів на основі вбудованих апаратних систем / А.П. Саміла, Л.Ф. Політанський // Вісник Хмельницького національного університету. Технічні науки. – 2017. – №1(245). – С. 116-120. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 2307-5732)

12. Саміла А.П. Апаратно-програмна реалізація системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР / А.П. Саміла // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2017. – № 1-2. – С. 16-22. (Наукове фахове видання; індексується РИНЦ; ISSN 2225-5818)

13. Саміла А.П. Рознесення частот детектування та збудження в імпульсному спектрометрі ядерного квадрупольного резонансу / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Вісник Хмельницького національного університету. Технічні науки. – 2016. – №5(241). – С. 231-234. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 2307-5732)

14. Саміла А.П. Застосування статично-конфігурованої ПЛІС у цифровій системі керування радіоспектрометром ЯКР / А.П. Саміла // Телекомунікаційні та інформаційні технології. – 2016. – № 4(53). – С. 73-82. (Наукове фахове видання; ISSN 2412-4338)

15. Саміла А.П. Програмно-технічний комплекс проектування систем з великим ступенем інтеграції на програмованому кристалі / А.П. Саміла, Т.А. Каземірський // Международный научный журнал Acta Universitatis Pontica Euxinus. Специальный выпуск. – 2016. – С. 573-578. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Index Copernicus; ISSN 1312-1669)

16. Samila Andriy. A Control Unit for a Pulsed NQR-FFT Spectrometer /

Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Ivan Hryhorchak, Leonid Politans'kyu, Taras Kazemirskiy // IAPGOS. – 2015. – Vol. 5(4). – P. 55-58. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Index Copernicus; ISSN 2083-0157)

17. Самила А.П. Разработка цифрового синтезатора частот на ПЛИС для импульсного Фурье-радио-спектрометра ЯКР / А.П. Самила // Международный научно-исследовательский журнал. – 2013. – № 12(19). – С. 124-127. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується РИНЦ; ISSN 2303-9868)

18. Хандожко А.Г. Импульсный радиоспектрометр ЯКР с эффективным подавлением переходного процесса / А.Г. Хандожко, В.А. Хандожко, А.П. Самила // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2013. – № 6/12(66). – С. 21-25. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus, РИНЦ; ISSN 1729-3774)

19. Хандожко В.О. Спостереження ЯКР в термометричній речовині  $\text{Cu}_2\text{O}$  / В.О. Хандожко, Л.Ф. Політанський, А.П. Саміла // Сенсорна електроніка і мікросистемні технології. – 2013. – Т. 10, № 4. – С. 23-27. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus, РИНЦ; ISSN 1815-7459)

20. Хандожко В.О. Порівняння результатів детектування ЯКР методами неперервного та імпульсного спостереження / В.О. Хандожко, Л.Ф. Політанський, А.П. Саміла // Вісник національного університету «Львівська політехніка». «Радіоелектроніка та телекомунікації». – 2013. – Вип. 766. – С. 35-40. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 0421-0399)

21. Хандожко В.О. Детектування ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах при низьких рівнях збудження / В.О. Хандожко, М.Д. Раранський, Л.Ф. Політанський, В.Н. Балазюк, А.П. Саміла // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2012. – № 6/11(60). – С. 29-33. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus, РИНЦ; ISSN 1729-3774)

22. Політанський Л.Ф. Подавление синхронной помехи в ЯКР с модуляцией Зеемана / Л.Ф. Політанський, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2012. – № 2. – С. 8-11. (Наукове фахове видання; індексується РИНЦ; ISSN 2225-5818)

23. Политанский Л.Ф. Анализ шумовых и сигнальных характеристик автодинного спин-детектора / Л.Ф. Политанский, В.А. Хандожко, А.П. Саміла // Вісник Національного технічного університету "Харківський політехнічний інститут". Збірник наукових праць. Тематичний випуск: Нові рішення в сучасних технологіях. – Харків: НТУ "ХПІ". – 2012. – № 68. – С. 104-110. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 2079-5459)

24. Хандожко О.Г. ЕПР і ЯКР У шаруватому кристалі GaSe:Gd / О.Г. Хандожко, Г.І. Ластівка, З.Д. Ковалюк, А.П. Саміла // Вісник національного університету «Львівська політехніка». «Електроніка». – 2011. – Вип. 708. – С. 179-183. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 0421-0399)

*Наукові праці, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації:*

25. Samila Andriy. A Computational Model of Signal Transformations in Pulsed NQR Spectrometer / Andriy Samila, Galina Lastivka, Leonid Politansky // The International Conference TCSET'2016 "Modern problems of radio engineering, telecommunications, and computer science". – Ukraine, Lviv-Slavske. – February, 2016. – P. 37-39. (Scopus)

26. Саміла А.П. Перенесення частоти детектування в спектрометрі з імпульсним збудженням ЯКР / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Фізико-технологічні проблеми передавання, оброблення та зберігання інформації в інфокомунікаційних системах, V Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Листопад, 2016. – С. 94-95.

27. Samila Andriy. Quality assessment of layer-structured semiconductor single crystals by nuclear quadrupole resonance method / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Galina Lastivka, Leonid Politansky, Victor Khandozhko

// Proceedings of SPIE 9809, Twelfth International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2015. – P. 980900–1-4. (Scopus)

28. Samila Andriy. FPGA-based Programmable Pulse Sequencer for NQR-FFT Spectrometer / Andriy Samila, Vladislav Andrushchak, Fedor Kuku // The International Conference TCSET'2014 “Modern problems of radio engineering, telecommunications, and computer science”. – Ukraine, Lviv-Slavske. – February-March, 2014. – P. 190-191. (Scopus)

29. Хандожко В.О. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі / В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Матеріали XIII міжнародної науково-технічної конференції «Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах». – Одеса-Затока, Україна. – Червень, 2014. – С. 69-70.

30. Хандожко О.Г. Ефект Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук GaSe та InSe / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 16-17.

31. Саміла А.П. Стенд лабораторний для проектування систем з великим ступенем інтеграції на програмованому кристалі / А.П. Саміла, В.Ю. Андрушак, Д.В. Воробець, Р.А. Янчишин // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 42.

32. Саміла А.П. Функціонально-алгоритмічні методи автоматизації імпульсної та релаксаційної спектроскопії ЯКР / А.П. Саміла, Т.А. Каземірський // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 43-45.

33. Khandozhko V. Temperature and baric dependence of nuclear quadruple

resonance spectra in indium and gallium monoselenides / V. Khandozhko, N. Raranskii, V. Balazjuk, Z. Kovalyuk, A. Samila // Proceedings of SPIE 9066, Eleventh International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2013. – P. 90661G–1-7. (Scopus)

34. Саміла А.П. Модуль керування та аналізу даних для імпульсного Фур'є-спектрометра ЯКР / А.П. Саміла, В.О. Хандожко // Науково-практична конференція «Інформаційно-вимірювальні технології та системи». – Київ, Україна. – Жовтень, 2013. – С.49.

35. Хандожко В.О. Термометричні властивості моноселеніда індію / В.О. Хандожко, М.Д. Паранський, А.П. Саміла // Науково-практ. конф. «Інформаційно-вимірювальні технології та системи». – Київ, Україна. – Жовтень, 2013. – С.56.

36. Хандожко О.Г. Імпульсний когерентний радіоспектрометр ЯКР / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, III Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2013. – С. 46-47.

37. Саміла А.П. Спостереження ЯКР в термометричній речовині  $\text{Cu}_2\text{O}$  / А.П. Саміла, В.О. Хандожко // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, III Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2013. – С. 48.

38. Каземірський Т.А. Програмно-апаратний комплекс для дослідження пружних та непружних властивостей моно- та полікристалів / Т.А. Каземірський, Є.І. Курек, А.В. Олійнич-Лисюк, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, III Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2013. – С. 76.

39. Хандожко В.О. Вплив тиску на спектр ядерного квадрупольного резонансу в  $\text{InSe}$  / В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Шістнадцята відкрита



науково-технічна конференція ІТРЕ НУЛП з проблем електроніки та інфокомунікаційних систем. – Львів, Україна. – Квітень, 2013р. – С. 84.

40. Саміла А.П. Детектування ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах при низьких рівнях збудження / А.П. Саміла, В.Н. Балазюк, М.Д. Раранський, В.О. Хандожко // П'ятнадцята відкрита науково-технічна конференція ІТРЕ НУЛП з проблем електроніки та інфокомунікаційних систем. – Львів, Україна. – Квітень, 2012. – С. 25.

41. Хандожко В.О. Установка для дослідження ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах / В.О. Хандожко, М.Д. Раранський, Л.Ф. Політанський, В.Н. Балазюк, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, II Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2012. – С. 69-70.

42. Хандожко О.Г. Особливості спектрів ЯКР з Фур'є перетворенням / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, II Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2012. – С. 71-72.

43. Ластивка Г.И. Ориентационная зависимость спектра ЯКР в InSe / Г.И. Ластивка, А.Г. Хандожко, З.Д. Ковалюк, А.П. Саміла // Сборник докладов Международной научной конференции "Актуальные проблемы физики твердого тела" ФТТ-2011. – Т. 2. – Минск, Беларусь. – Октябрь, 2011. – С. 56-58.

*Наукові праці, які додатково відображають наукові результати дисертації:*

44. Патент № 87571 UA, МПК(2014), G01N 24/00. Процес реєстрації температури на основі монокристалу селеніда галію / Ковалюк З.Д., Хандожко В.О., Балазюк В.Н., Раранський М.Д., Саміла А.П. Заявник ЧНУ імені Юрія Федьковича. – № u201310965; заявл. 13.09.13; опубл. 10.02.14, Бюл. № 3.

45. Патент № 84872 UA, МПК(2013.01), G01N 24/00. Застосування напівпровідникового кристала GaSe як термометричної речовини для

термометра на основі ядерного квадрупольного резонансу / Хандожко В.О., Раранський М.Д., Ковалюк З.Д., Балазюк В.Н., Саміла А.П. Заявник ЧНУ імені Юрія Федьковича. – № u201302015; заявл. 18.02.13; опубл. 11.11.13, Бюл. № 21.

46. Патент № 82390 UA, МПК(2006) G01N 29/34. Процес реєстрації ультразвукових імпульсів у твердому тілі / Ковалюк З.Д., Хандожко В.О., Балазюк В.Н., Раранський М.Д., Саміла А.П. Заявник і власник ЧНУ ім. Ю.Федьковича. – №201303106; заявл.14.03.13; опубл. 25.07.13, Бюл. № 14.

## **ABSTRACT**

Samila A.P. Structural and functional synthesis of the radioelectronic means for pulsed spectroscopy of materials with quadrupole nuclei of atoms. - Qualifying scientific work as manuscript.

Thesis for a scientific degree of Doctor of Engineering in the specialty 05.12.13 «Radio Engineering Devices and Telecommunication Means» (172 - Telecommunications and radio engineering). - Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University, Lviv Polytechnic National University Ministry of Education and Science of Ukraine, Chernivtsi, 2018.

The thesis is dedicated to development of scientific basis and hardware-software implementation of fundamentally new solutions for the experimental methods of pulsed Fourier and relaxation spectroscopy of nuclear quadrupole resonance (NQR).

Scientific investigations and developments represented in the thesis are based on solving the algorithmic, circuit, configuration-structural problems whose solution allowed achieving the purpose of the study, namely implementation of hardware-software complex radio technical system of recording NQR signals by improving pulse excitation method and the algorithms of informational transformation of spin induction decay signals to solve the problem of accuracy of the study of semiconductor structures of small volumes.

A simulation model of pulsed method for NQR observation was developed on the basis of single-coil coherent Fourier radio spectrometer without carrier frequency conversion. Computer simulation of signal transformations of the free induction signal and spin echo in radio frequency paths of pulsed radio spectrometer at sinusoidal and noise excitation of resonance was carried out.

The dependences of parameters of signal energy spectra at the output of transmitter of NQR pulsed spectrometer on the duration of sine and noise excitation pulses were studied. The energy efficiency was calculated and the laboratory model of energy-efficient broadband transmitter was developed that can be used in the study of isotopes with quadrupole moments  $^{14}\text{N}$ ,  $^{35}\text{Cl}$ ,  $^{63}\text{Cu}$ ,  $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{71}\text{Ga}$ ,  $^{113}\text{In}$ ,  $^{115}\text{In}$ , etc.

Finite element method was used to create computational domain and to perform numerical simulation of high-frequency field intensity topology in the work zone of spectrometer transmitter-receiver coil in order to ensure limited scanning area of sample under study, efficient interaction of high-frequency field with excitation signal and reception of nuclear spin induction signal.

A parametric estimation of the efficiency of generation algorithms most suitable for synthesis of digital periodic signals on the basis of embedded hardware systems was performed. On the basis of modeling syntax of dynamic modes in logical structures, formation algorithms of multi-pulse Han, Carr-Purcell, and Meiboom-Gill sequences were developed for the relaxation spectroscopy of nuclear quadrupole resonance.

Operation algorithm and laboratory model of digital control system of pulsed NQR Fourier radio spectrometer were proposed for setting all necessary operating modes and compulsory checking of radiophysical experiment.

Based on the software and hardware of company “Altera” and computer-aided design systems Quartus II and Altium Designer, configuration structures and schematic diagrams of frequency synthesizer, multi-pulse sequence programmer, analog high-frequency modules and radio spectrometer control systems were developed.

A hardware-software data collection system for pulsed NQR spectrometer was developed. Using graphical object-oriented programming tools, a virtual LabVIEW instrument was synthesized for visualization and processing of nuclear spin induction signals.

Experimental testing of coherent laboratory radio spectrometer based on a multi-functional software-controlled digital computing core was performed by pulsed observation of nuclear quadrupole resonance in small volumes of layered semiconductor crystals *GaSe* and *InSe* for the purpose of studying their quality and sensor properties.

Keywords: nuclear quadrupole resonance spectrometer, pulsed excitation energy efficient transmitter, programmable logic integrated circuit, frequency synthesis, programmer sequences, data acquisition system, virtual instrument, sensory properties, layered semiconductor crystals.

The list of author's publications:

*Proceedings where basic scientific results of thesis were published:*

1. Hryhorchak I.I. Physical processes in supramolecular ensembles and their practical application: monograph / I.I. Hryhorchak, B.A. Lukianets, A.Yu. Pidluzhna, L.P. Politansky, H.V. Ponediloc, A.P. Samila, O.H. Khandozhko. – Chernivtsi: Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University, Ruta Publishing House, 2016. – 536 p. (Monograph, ISBN 978-966-423-366-5)

2. Samila A. Energy efficiency increase of NQR spectrometer transmitter at pulse resonance excitation with noise signals / A. Samila, V. Khandozhko, L. Politansky // Solid State Nuclear Magnetic Resonance. – 2017. – Vol. 87. – P. 10-17. (Printed foreign scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 0926-2040; IF: 2.1)

3. Samila A. Peculiarities of using s-simulation for parametric identification of multiplet  $^{115}\text{In}$  NQR spectra in *InSe* / A. Samila // Measurement. – 2017. – Vol. 106. – P. 109-115. (Printed foreign scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 0263-2241; IF: 2.4)

4. Samila A.P. Broadband energy-efficient power amplifier for a pulsed NQR-spectrometer / A.P. Samila, L.P. Politansky, V.A. Khandozhko // Instruments and Experimental Techniques. – 2016. – № 3. – P. 153-154. (Printed foreign scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 0032-8162; IF: 0.6)

5. Samila A.P. Prompt Quality Monitoring of InSe and GaSe Semiconductor Crystals by the Nuclear Quadrupole Resonance Technique / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.A. Khandozhko, and Z.D. Kovalyuk // Semiconductors. – 2016. – Vol. 50, No. 8. – P. 1034-1037. (Printed foreign scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 1063-7826; IF: 0.9)

6. Bobalo Yuriy. Implementation of pulsed radiospectroscopy methods of NQR based on FPGA / Yu. Bobalo, Z. Hotra, O. Hotra, L. Politans'kyy, A. Samila // Metrol. Meas. Syst. – 2015. – Vol. 22, Issue 3. – P. 363-370. (Printed foreign scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 0860-8229; IF: 1.6)

7. Samila A. Simulation of magnetic field topology in a saddle-shaped coil of nuclear quadrupole resonance spectrometer / A. Samila // Progress In Electromagnetics Research Letters. – 2015. – Vol. 56. – P. 83-88. (Printed foreign scientific periodical; indexed Scopus; ISSN 1937-6480; IF: 0.7)

8. Lastivka G.I. Temperature dependence of the NQR spectrums and the lattice parameter InSe / G.I. Lastivka, A.P. Samila, N.D. Raransky, Z.D. Kovalyuk, V.N. Balazyuk, V.O. Khandozhko // J. Nano- Electron. Phys. – 2017. – Vol. 9, № 2. – P. 02023-1-4. (Printed scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

9. Samila A.P. Measuring the magnetic field using the Zeeman effect in nuclear quadrupole resonance of GaSe and InSe compounds / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.O. Khandozhko // J. Nano- Electron. Phys. – 2016. – Vol. 8, № 4. – P. 04081-1-4. (Printed scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

10. Samila A.P. The nuclear quadrupole resonance and sensory properties of layered semiconductors GaSe and InSe / A.P. Samila, V.O. Khandozhko, Z.D. Kovalyuk // J. Nano- Electron. Phys. – 2015. – Vol. 7, № 3. – P. 03024-1-5.

(Printed scientific periodical; indexed Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

11. Samila A.P. Waveform generation for the digital synthesis systems based on embedded hardware / A.P. Samila, L.P. Politansky // Herald of Khmelnytskyi national university. Engineering. – 2017. – №1(245). – P. 116-120.

(Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 2307-5732)

12. Samila A.P. Hardware and software implementation of data acquisition system for pulsed NQR spectrometer / A.P. Samila // Technology and design in electronic equipment. – 2017. – № 1-2. – P. 16-22. (Printed scientific periodical; indexed RISC; ISSN 2225-5818)

13. Samila A.P. Transference of frequencies of detection and excitation in pulsed spectrometer of nuclear quadrupole resonance / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.O. Khandozhko // Herald of Khmelnytskyi national university. Engineering. – 2016. – №5(241). – P. 231-234. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 2307-5732)

14. Samila A.P. The use of a statically-configurable PLD in the NQR spectrometer control digital system / A.P. Samila // Telecommunication and informative technologies. – 2016. – № 4(53). – P. 73-82. (Printed scientific periodical; ISSN 2412-4338)

15. Samila A.P. Software and hardware complex for designing systems with a large degree of integration on a programmable crystal / A.P. Samila, T.A. Kazemirskiy // International Scientific Journal “Acta Universitatis Pontica Euxinus”. Special issue. – 2016. – P. 573-578. (Printed foreign scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 1312-1669)

16. Samila Andriy. A Control Unit for a Pulsed NQR-FFT Spectrometer / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Ivan Hryhorchak, Leonid Politans'kyy, Taras Kazemirskiy // IAPGOS. – 2015. – Vol. 5(4). – P. 55-58. (Printed foreign scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 2083-0157)

17. Samila A.P. Development of digital frequency synthesizer PLD-based for NQR pulse Fourier spectrometer / A.P. Samila // Meždunarodnyj naučno-issledovatel'skij žurnal. – 2013. – № 12(19). – P. 124-127. (Printed foreign

scientific periodical; indexed RISC; ISSN 2303-9868)

18. Khandozhko A.G. A pulse coherent NQR spectrometer with effective transient suppression / A.G. Khandozhko, V.A. Khandozhko, A.P. Samila // Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. – 2013. – № 6/12(66). – P. 21-25. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus, RISC; ISSN 1729-3774)

19. Khandozhko V.O. Observation NQR in thermometric substance Cu<sub>2</sub>O / V.O. Khandozhko, L.P. Politansky, A.P. Samila // Sensor electronics and microsystem technologies. – 2013. – Vol. 10, № 4. – P. 23-27. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus, RISC; ISSN 1815-7459)

20. Khandozhko V.O. Comparison results of sensing NQR using continuous wave and pulsed NQR-FFT spectrometers / V.O. Khandozhko, L.P. Politansky, A.P. Samila // Radioelectronics and telecommunications. The Herald of Lviv Polytechnic National University. – 2013. – Vol. 766. – P. 35-40. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 0421-0399)

21. Khandozhko V.O. The detection ultrasonic echo pulses in the crystal at low excitation levels / V.O. Khandozhko, N.D. Raranskii, L.P. Politansky, V.N. Balazjuk, A.P. Samila // Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. – 2012. – № 6/11(60). – P. 29-33. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus, RISC; ISSN 1729-3774)

22. Politans'kyi L.F. The suppression of synchronous interference NQR with Zeeman modulation / L.F. Politans'kyi, V.A. Khandozhko, A.P. Samila // Technology and design in electronic equipment. – 2012. – № 2. – P. 8-11. (Printed scientific periodical; indexed RISC; ISSN 2225-5818)

23. Politansky L.P. Analysis of marginal oscillator noise performance / L.P. Politansky, V.A. Khandozhko, A.P. Samila // The Herald of NTU "KhPI". Thematic issue: New solutions in modern technologies. – Kharkiv: NTU "KhPI". – 2012. – № 68. – P. 104-110. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 2079-5459)

24. Khandozhko O.G. The EPR and NQR in layered crystal GaSe:Gd /

O.G. Khandozhko, G.I. Lastivka, Z.D. Kovalyuk, A.P. Samila // Electronics. The Herald of Lviv Polytechnic National University. – 2011. – Vol. 708. – P. 179-183. (Printed scientific periodical; indexed Index Copernicus; ISSN 0421-0399)

*Proceedings that certify an improvement of thesis materials:*

25. Samila Andriy. A Computational Model of Signal Transformations in Pulsed NQR Spectrometer / Andriy Samila, Galina Lastivka, Leonid Politansky // The International Conference TCSET'2016 "Modern problems of radio engineering, telecommunications, and computer science". – Ukraine, Lviv-Slavske. – February, 2016. – P. 37-39. (Scopus)

26. Samila A.P. The transfer of detecting frequency in spectrometer with pulse excitation of NQR / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.O. Khandozhko // Physical and technological problems of transmission, processing and storage of information in infocommunication systems, V International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – November, 2016. – P. 94-95.

27. Samila Andriy. Quality assessment of layer-structured semiconductor single crystals by nuclear quadrupole resonance method / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Galina Lastivka, Leonid Politansky, Victor Khandozhko // Proceedings of SPIE 9809, Twelfth International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2015. – P. 980900–1-4. (Scopus)

28. Samila Andriy. FPGA-based Programmable Pulse Sequencer for NQR-FFT Spectrometer / Andriy Samila, Vladislav Andrushchak, Fedor Kuku // The International Conference TCSET'2014 "Modern problems of radio engineering, telecommunications, and computer science". – Ukraine, Lviv-Slavske. – February-March, 2014. – P. 190-191. (Scopus)

29. Khandozhko V.O. Measurement magnetic field using Zeeman effect in nuclear quadrupole resonance / V.O. Khandozhko, A.P. Samila // Materials of the XIII International Scientific and Technical Conference "Measuring and Computing Techniques in Technological Processes". – Odesa-Zatoka, Ukraine. – June, 2014. – P. 69-70.



30. Khandozhko O.G. Zeeman effect on the NQR in GaSe and InSe / O.G. Khandozhko, V.O. Khandozhko, A.P. Samila // Physical and technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, IV International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2014. – P. 16-17.

31. Samila A.P. The developed board for designing systems with a high integration on programmable crystal / A.P. Samila, V.Yu. Andrushchak, D.V. Vorobets, R.A. Yanchyshyn // Physical and technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, IV International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2014. – P. 42.

32. Samila A.P. Functional and algorithmic methods automation pulsed and relaxation NQR spectroscopy / A.P. Samila, T.A. Kazemirskiy // Physical and technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, IV International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2014. – P. 43-45.

33. Khandozhko V. Temperature and baric dependence of nuclear quadruple resonance spectra in indium and gallium monoselenides / V. Khandozhko, N. Raranskii, V. Balazjuk, Z. Kovalyuk, A. Samila // Proceedings of SPIE 9066, Eleventh International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2013. – P. 90661G–1-7. (Scopus)

34. Samila A.P. Data management and analysis module for the NQR pulsed Fourier spectrometer / A.P. Samila, V.O. Khandozhko // Scientific-practical conference "Information-measuring technologies and systems". – Kyiv, Ukraine. – October, 2013. – P. 49.

35. Khandozhko V.O. Thermometric properties of InSe / V.O. Khandozhko, N.D. Raranskii, A.P. Samila // Scientific-practical conference "Information-measuring technologies and systems". – Kyiv, Ukraine. – October, 2013. – P. 56.

36. Khandozhko O.G. A pulse coherent spectrometer of nuclear quadrupole resonance / O.G. Khandozhko, V.O. Khandozhko, A.P. Samila // Physical and

technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, III International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2013. – P. 46-47.

37. Samila A.P. Observation NQR in thermometric substance Cu<sub>2</sub>O / A.P. Samila, V.O. Khandozhko // Physical and technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, III International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2013. – P. 48.

38. Kazemirskiy T.A. Hardware-software complex for research of elastic and nonelastic properties mono- and polycrystals / T.A. Kazemirskiy, E.I. Kurek, A.V. Oliynych-Lysyuk, A.P. Samila // Physical and technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, III International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2013. – P. 76.

39. Khandozhko V.O. Influence of pressure on the spectrum of the nuclear quadrupole resonance in InSe / V.O. Khandozhko, A.P. Samila // Sixteenth Open Scientific and Technical Conference ITREE LPNU on the problems of electronics and infocommunication systems. – Lviv, Ukraine. – April, 2013. – P. 84.

40. Samila A.P. Detection of ultrasonic echo-impulses in crystals at low excitation levels / A.P. Samila, V.N. Balazjuk, N.D. Raranskii, V.O. Khandozhko // Fifteenth Open Scientific and Technical Conference ITREE LPNU on the problems of electronics and infocommunication systems. – Lviv, Ukraine. – April, 2012. – P. 25.

41. Khandozhko V.O. The detection ultrasonic echo pulses in the crystal at low excitation levels / V.O. Khandozhko, N.D. Raranskii, L.F. Politansky, V.N. Balazjuk, A.P. Samila // Physical and technological problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, II International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2012. – P. 69-70.

42. Khandozhko O.G. Features NQR spectra with fourier transformation / O.G. Khandozhko, V.O. Khandozhko, A.P. Samila // Physical and technological

problems of radio engineering devices, telecommunication, nano and microelectronic, II International Scientific Practical Conference. – Chernivtsi, Ukraine. – October, 2012. – P. 71-72.

43. Lastivka G.I. Orientation dependence of the NQR spectrum in InSe / G.I. Lastivka, A.G. Khandozhko, Z.D. Kovalyuk, A.P. Samila // Proceedings of the International Scientific Conference "Actual problems of solid state physics". SSP-2011. – Vol. 2. – Minsk, Belarus. – October, 2011. – P. 56-58.

*Proceedings where additional scientific results of thesis were published:*

44. Patent № 87571 UA, IPC(2014), G01N 24/00. Process of temperature registration on the basis of crystal of monoselidenium gallium / Kovalyuk Z.D., Khandozhko V.O., Balazjuk V.N., Raranskii N.D., Samila A.P. Declarant Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University. – № u201310965; declared 13.09.13; published 10.02.14, Bulletin № 3.

45. Patent № 84872 UA, IPC(2013.01), G01N 24/00. The use of a GaSe semiconductor crystal as a thermometer substance for a thermometer based on a nuclear quadrupole resonance / Khandozhko V.O., Raranskii N.D., Kovalyuk Z.D., Balazjuk V.N., Samila A.P. Declarant Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University. – № u201302015; declared 18.02.13; published 11.11.13, Bulletin № 21.

46. Patent № 82390 UA, IPC(2006) G01N 29/34. The process of recording of the ultrasonic impulses in solid / Kovalyuk Z.D., Khandozhko V.O., Balazjuk V.N., Raranskii N.D., Samila A.P. Declarant Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University. – №201303106; declared 14.03.13; published 25.07.13, Bulletin № 14.

## ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ .....	26
ВСТУП .....	28
РОЗДІЛ 1. Ядерний квадрупольний резонанс та методи неруйнівного контролю параметрів первинних матеріалів електронної техніки .....	42
1.1. Ядерний квадрупольний резонанс .....	42
1.2. Стаціонарний метод спостереження ЯКР .....	49
1.3. Шумові та сигнальні характеристики спіні-детекторів з підвищеною завадостійкістю .....	53
1.4. Модуляційна методика в ЯКР .....	62
1.5. Теоретичні основи імпульсного методу спостереження ЯКР .....	67
1.6. Перспективні напрями розвитку радіоспектроскопії .....	75
Висновки до 1-го розділу .....	84
РОЗДІЛ 2. Моделі радіотехнічних систем імпульсного когерентного спектрометра ЯКР та параметрична ідентифікація сигнальних перетворень в його трактах.....	88
2.1. Розроблення імітаційної моделі прямого імпульсного методу спостереження ЯКР .....	88
2.2. Параметричне моделювання широкосмугового енергетично ефективного передавача імпульсного спектрометра ЯКР .....	97
2.3. Розроблення принципу демодуляції сигналу резонансу на основі квадратурного детектування та фазового циклу CYCLOPS .....	106
2.4. Дослідження процесів ідентифікації багатокomпонентних спектрів ЯКР при синусоїдальному та шумовому збудженні резонансу .....	114
2.5. Моделювання топології магнітного поля в приймально-передавальній котушці спектрометра ЯКР .....	120
Висновки до 2-го розділу .....	130

РОЗДІЛ 3. Методи програмних модулів для конфігурування пристроїв на основі синтаксису моделювання динамічних режимів логікових структур .....	134
3.1. Розроблення базової структури цифрового обчислювального ядра радіоспектрометра на основі прогамованих логікових інтегральних схем.....	134
3.2. Генерація гармонічного коливання для синтезу цифрових сигналів на основі вбудованих апаратних систем.....	137
3.3. Розроблення конфігураційної структури формувача імпульсних послідовностей на основі ПЩСЧ.....	146
3.4. Розроблення конфігураційної структури РППК приймача радіоспектрометра.....	162
3.5. Застосування статично-конфігурованої ПЛІС у цифровій системі керування радіоспектрометром ЯКР .....	165
Висновки до 3-го розділу .....	174
РОЗДІЛ 4. Схемотехнічна реалізація моделей функціональних модулів радіоспектрометра та їх експериментальні дослідження .....	177
4.1. Вхідний вузол радіоспектрометра ЯКР.....	177
4.2. Придушення перехідного процесу в приймальному тракті спектрометра .....	181
4.3. Структура аналогового тракту приймального каналу .....	183
4.4. Широкозмуговий імпульсний передавач ВЧ .....	184
4.5. Дослідження параметрів та теплових режимів передавача .....	187
4.6. Рознесення частот детектування та збудження в імпульсному спектрометрі ядерного квадрупольного резонансу .....	190
4.7. Апаратна структура системної плати спектрометра ЯКР .....	195
4.8. Апаратна реалізація та експериментальні випробування цифрової системи керування радіоспектрометром.....	202
Висновки до 4-го розділу .....	205

РОЗДІЛ 5. Апаратно-програмна реалізація системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР .....	208
5.1. Апаратна реалізація системи збору даних .....	208
5.2. Синтез віртуального інструмента LabView .....	210
5.3. Часова фільтрація резонансних сигналів .....	213
5.4. Вплив виду кореляційної функції шумів на процес усереднення сигналу .....	217
5.5. Алгоритми лінійного та нормованого усереднення .....	224
5.6. Експериментальні дослідження СЗД.....	228
Висновки до 5-го розділу .....	230
РОЗДІЛ 6. Апробація радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії шляхом експериментальних досліджень ЯКР у шаруватих напівпровідниках .....	232
6.1. Актуальність застосування та фізико-хімічні властивості сполук GaSe та InSe.....	232
6.2. ЯКР в моноселенідах галію та індію .....	235
6.3. ЯКР і сенсорні властивості шаруватих напівпровідникових кристалів GaSe та InSe .....	238
6.4. Баричні залежності ЯКР в моноселенідах індію та галію.....	246
6.5. Оперативний контроль напівпровідникових кристалів InSe і GaSe методом ЯКР .....	250
6.6. Орієнтаційна залежність ЯКР спектрів в GaSe, InSe.....	257
6.7. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук GaSe та InSe.....	262
Висновки до 6-го розділу .....	267
ВИСНОВКИ.....	270
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	274
ДОДАТОК А. Функції переходів та виходів машинного автомату системи керування спектрометром ЯКР .....	298

ДОДАТОК Б. Схеми електричні принципові апаратних функціональних модулів спектрометра ЯКР .....	314
ДОДАТОК В. Віртуальний інструмент системи збору даних радіофізичних експериментів.....	319
ДОДАТОК Г. Акти впровадження результатів дисертаційної роботи .....	320
ДОДАТОК Д. Список публікацій здобувача за темою дисертації та відомості про апробацію результатів дисертації .....	323

## ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ

- АЦП – аналогово-цифровий перетворювач;  
АЧХ – амплітудо-частотна характеристика;  
ВКБ – великий кільцевий буфер;  
ВІ – віртуальний інструмент;  
ВЧ – високі частоти;  
ГЕП – градієнт електричного поля;  
ГКН – генератор керований напругою;  
ДПФ – дискретне перетворення Фур'є;  
ЕПР – електронний парамагнітний резонанс;  
ІС – інтегральна схема;  
КАМ – квадратурна амплітудна модуляція;  
ККД – коефіцієнт корисної дії;  
КНС – коефіцієнт нелінійних спотворень;  
ЛБ – логічний блок;  
ЛЕ – логічний елемент;  
МДН – метал діелектрик напівпровідник;  
НІХ – нескінченна імпульсна характеристика;  
НЧ – низькі частоти;  
ОЗП – оперативний запам'ятовуючий пристрій;  
ПВП – псевдовипадкова послідовність;  
ПЗП – постійний запам'ятовуючий пристрій;  
ПК – персональний комп'ютер;  
ПЛІС – програмована логікова інтегральна схема;  
ПЦСЧ – прямий цифровий синтезатор частот;  
ПЯКР – подвійний ядерний квадрупольний резонанс;  
РКД – рідкокристалічний дисплей;  
РППК – радіозв'язок з програмованими параметрами компонентів;  
САПР – система автоматизованого проектування;



СВІ – спад вільної індукції;  
СЗД – система збору даних;  
СІХ – скінченна імпульсна характеристика;  
ССШ – співвідношення сигнал/шум;  
СФ – смуговий фільтр;  
ФАПЧ – фазове автопідстроювання частоти;  
ФВЧ – фільтр верхніх частот;  
ФНЧ – фільтр нижніх частот;  
ФЧХ – фазо-частотна характеристика;  
ЦАП – цифро-аналоговий перетворювач;  
ЦОЯР – цифрове обчислювальне ядро радіоспектрометра;  
ШПФ – швидке перетворення Фур'є;  
ЯКР – ядерний квадрупольний резонанс;  
ЯМР – ядерний магнітний резонанс;  
CORDIC – Coordinate Rotation Digital Computer;  
CYCLOPS – CYCLically Ordered PhaSe cycle;  
DDC – Digital Down-Converter;  
DDS – Direct Digital Synthesizer;  
DSP – Digital Signal Processing;  
FIFO – First In First Out;  
FPGA – Field-Programmable Gate Array;  
LPM – Library of Parameterized Modules;  
LUT – Look-Up Table;  
SDR – Software Defined Radio;  
USB – Universal Serial Bus;  
VHDL – VHSIC (Very high speed integrated circuits) Hardware Description Language.

## ВСТУП

**Загальна характеристика роботи.** Дисертаційну роботу присвячено розв'язанню актуальної наукової проблеми – покращенню сигнальних характеристик (чутливості, точності, ширини реєстрованого спектру) із одночасним збереженням енергетичних характеристик (інтенсивності радіочастотного випромінювання) радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії ядерного квадрупольного резонансу (ЯКР) шляхом синтезу їх структурних, конфігураційних та принципівих електричних схем.

**Актуальність теми.** Швидкий розвиток інтегральної електроніки та високопродуктивних алгоритмів обробки інформаційних повідомлень стимулює прогрес в області фізичного експерименту. Це особливо спостерігається в галузях радіофізики, хімії, медицини, біології та інших.

Методи імпульсної Фур'є та релаксаційної спектроскопії ядерного квадрупольного резонансу набувають актуальності при дистанційному виявленні резонансних сигналів ізотопу  $^{14}\text{N}$  в твердих речовинах (наркотичні та вибухові речовини в неметалевих контейнерах). Отримані з допомогою ЯКР результати також є унікальними при вивченні складних мультиплетних спектрів, що є характерними для шаруватих напівпровідників внаслідок політипних модифікацій їх кристалічної структури.

Роботи закордонних науковців охоплюють широкий спектр досліджень в галузі ЯКР спектроскопії: розроблення експериментальних методів та апаратури спостереження ЯКР, розвиток апаратно-програмних засобів цифрового оброблення сигналів спінової індукції в реальному часі, дослідження внутрішньомолекулярної структури речовин та їх фізико-хімічних властивостей, розроблення ЯКР детекторів вибухівки і наркотичних речовин, ЯКР-томографія тощо. Це підтверджує актуальність теми дисертаційної роботи. Великий внесок у розвиток теоретичних засад та науково-технічної бази резонансної спектроскопії ЯКР зробили вчені R.T. Pound, F.N.H. Robinson, Michael S. Adler, Tara P. Das, B.C. Гречішкін.

Експериментальними розробками інтенсивно займаються науково-дослідні центри в США, Німеччині, Японії, Китаї, Росії.

Аналіз існуючих методів ЯКР спектроскопії показав, що серійне обладнання для ЯКР аналізу представлено лише декількома провідними корпораціями – SpinCore, Tecmag, Bruker, Varian та ін. Вартість таких вимірювальних комплексів досягає сотень тисяч умовних одиниць, що в певній мірі ускладнює їх використання в науково-дослідних центрах України. Незначну кількість наукових робіт з тематики розроблення апаратних методів ЯКР-радіоспектроскопії у дослідженнях вітчизняних науковців (Леновенко А.М., Яценко А.В., Хандожко О.Г.) можна пояснити складністю апаратури спостереження та реєстрації ядерних резонансних процесів.

Перспективним в даному напрямку є розроблення недорогих портативних спектрометрів з інтегрованим обчислювальним ядром, що базуються на нових алгоритмах інформаційних перетворень сигналу спаду вільної індукції в передавально-приймальному тракті та візуалізації спектрів ЯКР.

При цьому значну увагу варто приділити підвищенню значення відношення сигнал/шум, що забезпечується спектрометром, до необхідного рівня для безпомилкового детектування сигналу ЯКР у досліджуваних речовинах малого об'єму з масою від десятих долей до декількох грам та розробленню високоефективних методів формування спеціальних багатоімпульсних послідовностей наносекундних часових інтервалів для стохастичної методики ЯКР.

Актуальність теми дисертаційної роботи значною мірою визначається варіативністю прикладного застосування методу ЯКР. Висока точність та інформативність даного методу уможливорює його ефективне впровадження в різних галузях науки і техніки – матеріалознавство (дослідження симетрії, структури, фазових переходів та аналіз дефектності кристалів); твердотільна електроніка (контроль структури напівпровідників при створенні на їх основі

радіаційно-стійких пристроїв); боротьба з тероризмом та національна безпека (дистанційне виявлення вибухових та наркотичних речовин).

**Науково-прикладною проблемою**, вирішенню якої присвячена дисертаційна робота, є розроблення принципів, методів, алгоритмів і структур функціональних вузлів імпульсного спектрометра ядерного квадрупольного резонансу шляхом синтезу його структурних, конфігураційних та принципових електричних схем та оптимізації режимів роботи.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дослідження, результати яких представлені у дисертаційній роботі, проводились у відповідності до поточних та перспективних планів наукової роботи кафедри радіотехніки та інформаційної безпеки Чернівецького національного університету імені Юрія Федьковича: «Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв та засобів телекомунікацій і інформаційних технологій» (2014-2015 рр., номер державної реєстрації №0111U000183); «Методи та засоби передавання, оброблення і зберігання інформації в інфо-комунікаційних системах» (2016-2017 рр., номер державної реєстрації №0116U001433) та держбюджетної тематики «Розробка портативного цифрового багатоімпульсного спектрометра ЯКР для дослідження сенсорних властивостей, структури, дефектності шаруватих та органічних напівпровідників» (2017 р., номер державної реєстрації №0117U001148), у якій автор задіяний як відповідальний виконавець.

**Мета та задачі дослідження.** Метою дисертаційної роботи є синтез структурних, конфігураційних та принципових електричних схем радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії ядерного квадрупольного резонансу із покращеними сигнальними та енергетичними характеристиками.

Для досягнення мети необхідно було вирішити наступні завдання:

1. Провести аналіз існуючих експериментальних методів спостереження ядерного квадрупольного резонансу в діапазоні частот від  $\sim 2$

до 1000 МГц;

2. Синтезувати базову структуру портативного когерентного однокотушкового спектрометра ЯКР, що забезпечує виявлення імпульсним методом мікрівольтних сигналів спаду вільної індукції в діапазоні частот 1 – 50 МГц;

3. Розробити імітаційну модель імпульсного методу спостереження ЯКР та провести дослідження перетворень сигналу вільної індукції в радіочастотних трактах радіоспектрометра при синусоїдальному та шумовому збудженні резонансу, що надасть змогу виявити шляхи оптимізації імпульсного методу для спостереження широкосмугових мультиплетних спектрів ЯКР;

4. Забезпечити ефективне загасання перехідного процесу в приймальній котушці коливального контуру та приймальному тракті радіоспектрометра для імпульсного спостереження ЯКР у досліджуваних зразках малого об'єму за рахунок надійного закривання приймального тракту в паузах між імпульсами зондування (до 100 дБ для частоти-носія);

5. Шляхом рознесення опорної частоти синхронного детектора і частоти заповнення імпульсу збудження та використання синхронізації їх початкових фаз підвищити точність відтворення форми широкосмугових спектрів ЯКР та послабити вплив на приймальний тракт спектрометра паразитної завади, частота якої дорівнює частоті імпульсу зондування;

6. Розробити метод формування когерентних із частотою-носієм цифрового синтезатора частот імпульсів збудження з довільними часовими інтервалами в діапазоні від 100 нс до 10 с з метою адаптації методів релаксаційної та імпульсно-резонансної спектроскопії для вимірювання динамічних характеристик і дефектів кристалічної ґратки структур шаруватих напівпровідників;

7. Синтезувати віртуальний інструмент візуалізації і оброблення сигналів ядерної спінової індукції для проведення радіофізичних експериментів у галузях ШПФ-ЯКР та релаксаційної спектроскопії;

8. Розробити метод експрес-ідентифікації спектрів ЯКР з виявленням окремих спектральних складових на заздалегідь невідомих частотах квадрупольного резонансу;

9. Розробити метод підвищення енергетичної ефективності високочастотного передавача імпульсного радіоспектрометра ЯКР шляхом оптимізації режимів роботи його активних елементів;

10. Провести експериментальні випробування лабораторного макету портативного радіоспектрометра з покращеними сигнальними та енергетичними характеристиками шляхом дослідження якості та вивчення сенсорних властивостей напівпровідникових монокристалів шаруватої структури.

**Об'єктом дослідження** дисертаційної роботи є процес реєстрації та оброблення сигналів спаду спінової індукції в функціональних вузлах імпульсного Фур'є радіоспектрометра ядерного квадрупольного резонансу.

**Предметом дослідження** є принципи, методи і структури радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії ядерного квадрупольного резонансу.

**Методи дослідження.** В дисертаційній роботі використано методи й основні положення теорії радіотехнічних систем (для розроблення наукових основ конструювання радіочастотного тракту спектрометра), теорії цифрових автоматів (для синтезу машини станів ядра системи керування спектрометром), методи параметричної комп'ютерної ідентифікації (при моделюванні сигнальних перетворень сигналу вільної індукції та спінової луни в радіочастотних трактах імпульсного радіоспектрометра), методи синтаксису моделювання динамічних режимів структур (при розробленні конфігураційних структур ПЛІС), методи числового моделювання (при моделюванні топології напруженості високочастотного поля в робочій зоні прийомо-передавальної котушки спектрометра), методи графічного об'єктно-орієнтованого програмування (при розробленні конфігураційних структур ПЛІС та синтезі віртуального інструмента СЗД), методи радіоспектроскопії

ядерного квадрупольного резонансу (при ідентифікації експериментальних спектрів ЯКР та інтерпретації результатів досліджень напівпровідникових кристалів), методи експериментальних досліджень та статистичної обробки результатів.

### **Наукова новизна отриманих результатів.**

1. Вперше запропоновано метод підвищення точності відтворення форми широкосмугових спектрів ЯКР шляхом пригнічення до 100 дБ перехідного процесу в приймальній котушці вхідного пристрою спектрометра, який, на відміну від існуючих, забезпечує послаблення впливу на приймальний тракт паразитної завади з частотою імпульсів зондування, що уможливило синтез структури портативного когерентного радіоспектрометра ЯКР.

2. Вперше запропоновано високочутливий метод реєстрації сигналів ЯКР, що відрізняється від існуючих рознесенням опорної частоти синхронного детектора і частоти заповнення імпульсу збудження із забезпеченням синхронізації їх початкових фаз, що забезпечило синтез конфігураційної структури програмованого кристалу для реалізації чутливого цифрового приймача сигналів ЯКР з шириною смуги до 1 МГц та амплітудами меншими 10 мкВ у діапазоні частот ЯКР 0,5 – 50 МГц.

3. Вперше запропоновано метод формування когерентних із частотою-носієм синтезатора імпульсів збудження з довільними часовими інтервалами в діапазоні від 100 нс до 10 с за рахунок формування послідовностей кодів миттєвої лінійно-змінної фази сигналу 48-бітним акумулятором фази, який відрізняється від відомих мінімізацією часу затримки сигналу до 20 нс в структурі програмованого кристалу, що уможливило синтезування структури формувача імпульсних послідовностей для радіоспектроскопічних та релаксаційних методик в ЯКР.

4. Вперше запропоновано метод керування імпульсним спектрометром ЯКР, що відрізняється від відомих перехідними та вихідними функціями синтезованої машини кінцевих станів цифрового апаратно-програмного

ядра. Це надає змогу автоматизувати радіофізичні експерименти за рахунок формування та передавання інформаційних пакетів даних на пристрої виконання портативного імпульсного радіоспектрометра за допомогою зовнішнього інтерфейсу зі швидкістю до 10 Мбіт/с.

5. Вперше запропоновано метод експрес ідентифікації спектрів ЯКР, який відрізняється від відомих застосуванням шумового збудження та проведенням статистичного кореляційного аналізу усереднених ітерацій крос-кореляційних функцій псевдовипадкових послідовностей і сигналів спаду вільної індукції за Пірсоном, що дало змогу покращити ймовірності безпомилкової реєстрації імпульсного відгуку ядерної системи.

6. Набула подальшого розвитку модель однокотушкового когерентного Фур'є-радіоспектрометра в якій ЯКР-підсистема описується передавальною функцією, що є Фур'є-образом імпульсного відгуку мультирезонансної коливної системи. Це дало змогу вперше здійснити параметричну ідентифікацію перетворень сигналу вільної індукції в радіочастотному тракті імпульсного Фур'є-радіоспектрометра при синусоїдальному та шумовому збудженнях ЯКР у матеріалах з квадрупольними ядрами атомів.

7. Набув подальшого розвитку метод підвищення енергетичної ефективності високочастотного широкосмугового передавача радіоспектрометра за рахунок забезпечення режиму імпульсного зміщення активних елементів проміжного і вихідного каскадів, внаслідок чого потужності розсіювання для радіоімпульсів шпаруватістю  $10 \leq S \leq 1000$  знизилися на 45,8 – 98,39 %.

8. Набув подальшого розвитку метод сканування ЯКР у видовжених зразках із застосуванням передавально-приймальної котушки сідлоподібної форми, який відрізняється від відомих обмеженням робочої зони сканування зразків до 28,12% від повного об'єму котушки. Це дало змогу зменшити об'єм сканування монокристалічних злитків до  $12 \times 18 \times 10 \text{ мм}^3$ .



9. Вперше встановлено, що в напівпровідникових кристалах *GaSe* та *InSe* спостерігається лінійні залежності частоти ЯКР від температури в інтервалі 20 – 130 °С (з точністю  $\pm 0,05$  °С) та одновісного тиску в напрямку оптичної вісі *c* в діапазоні 50 – 100 кг/см<sup>2</sup>. Також досліджено можливість визначення напрямку дії та оцінки величини індукції слабкого (0 – 10 Гс) зовнішнього магнітного поля унаслідок розщеплення резонансних ліній ЯКР <sup>69</sup>Ga та <sup>115</sup>In. Це уможлиблює розроблення чутливих і високоточних ЯКР сенсорів на основі запропонованого портативного радіоспектрометра з покращеними сигнальними та енергетичними характеристиками.

**Практичне значення одержаних результатів.** За рахунок результатів досліджень, отриманих у даній роботі набула подальшого розвитку імпульсна методика виявлення сигналів ЯКР із застосуванням швидкого перетворення Фур'є сигналів спінової індукції.

У межах запропонованої методології використано наступні практичні особливості розроблених методів і моделей:

1. Запропонований метод експрес-ідентифікації спектрів ЯКР, що полягає у збудженні резонансу короткими імпульсами з шумовим заповненням та статистичному обробленні крос-кореляційних функцій ПВП та СВІ, може ефективно застосовуватись в імпульсних спектрометрах ЯКР з ШПФ на частотах, що не виходять за межі робочого діапазону частот приймача спектрометра.

2. Розроблені принципова схема та конфігураційна структура ПЦСЧ на базі ПЛІС EP4CE15E22C8 та цифро-аналогового перетворювача AD9772AST із вбудованими інтерполяційними фільтрами уможливають виготовлення функціонально завершених генераторів гармонічних сигналів у діапазоні частот до 75 МГц з низьким рівнем спектральних складових вищих порядків для радіотехнічних та телекомунікаційних пристроїв і систем.

3. Алгоритм функціонування та структура формувача імпульсних послідовностей на базі ПЛІС EP4CE15E22C8 будуть використані при

розробленні нових багатоімпульсних методик для систем реєстрації подвійних ЯКР-ЯМР і ЯКР-ЯКР резонансів, багатовимірної ЯКР спектроскопії, а також ЯКР-томографії напівпровідникових приладів твердотільної електроніки.

4. Лабораторний макет енергоефективного широкосмугового передавача з робочим діапазоном частот 1 – 50 МГц та середньою вихідною потужністю 400 – 500 Вт може бути використаним при розробленні ЯКР детекторів вибухових та наркотичних речовин. Крім того, елементи конструкції та застосована елементна база запропонованого передавача уможливають його інтеграцію в портативні телекомунікаційні системи бездротового наземного зв'язку КХ та УКХ діапазонів як альтернативи більш дорогим закордонним аналогам.

5. Цифрова система керування імпульсним Фур'є радіоспектрометром ЯКР лабораторного типу з реалізацією її головних функціонально-алгоритмічних методів на базі ПЛІС Cyclone EP1C12F324 може бути застосована як універсальна апаратна база для розроблення інтерактивних меню та користувальницьких інтерфейсів радіотехнічних пристроїв категорії «Смарт» шляхом модифікації структури машинного автомату та інтеграції необхідних функціональних модулів.

6. Запропонована апаратно-програмна реалізація компактної СЗД для імпульсного спектрометра ЯКР, апаратні рішення якої базуються на основі мультипротокольного USB–245FIFO перетворювача, забезпечує передавання даних зі швидкістю до 480 Мб/с по двох незалежних каналах в одному апаратному інтерфейсі, що дозволяє її використання у вимірювальній системі на ПК з обмеженим числом USB портів (ноутбук, планшетний ПК).

7. Синтезовано віртуальний інструмент LabVIEW для візуалізації та оброблення даних сигналів ядерної спінової індукції на базі засобів графічного об'єктно орієнтованого програмування. Застосування запропонованої СЗД в портативних радіоспектрометрах ЯКР дає змогу

суттєво знизити вартість лабораторного обладнання для проведення радіофізичних експериментів у галузях ШПФ-ЯКР та релаксаційної спектроскопії.

8. Формування синхроімпульсу запуску уможлиблює використання розробленої СЗД у режимі багатократного експерименту з метою цифрового накопичення і усереднення даних. Показником високої інформативності запропонованої СЗД є візуалізація складних мультиплетних спектрів ЯКР з шириною смуги до 7,5 МГц та роздільною здатністю за частотою  $\approx 200$  Гц.

9. Використовуючи розроблені засоби імпульсної спектроскопії експериментально встановлено, що в напівпровідникових кристалах *GaSe* та *InSe* спостерігаються лінійні залежності частоти ЯКР від температури в інтервалі 20 – 130 °С (з точністю  $\pm 0,05$  °С) та одновісного тиску в напрямку оптичної вісі *c* в діапазоні 50 – 100 кг/см<sup>2</sup>. Також досліджено можливість визначення напрямку дії та оцінки величини індукції слабкого (0 – 10 Гс) зовнішнього магнітного поля унаслідок розщеплення резонансних ліній ЯКР <sup>69</sup>Ga та <sup>115</sup>In. Це уможлиблює розроблення чутливих і високоточних ЯКР сенсорів на основі запропонованого портативного радіоспектрометра з покращеними сигнальними та енергетичними характеристиками.

Представлені автором в дисертаційній роботі наукові та практичні результати впроваджені: у Львівському Науково-виробничому підприємстві “Карат” для дослідження структури кристалів напівпровідникових матеріалів та епітаксійних структур при розробленні технологій отримання новітніх матеріалів; в Чернівецькому відділенні Інституту проблем матеріалознавства імені І.М. Францевича Національної академії наук України для визначення за допомогою спектрів ЯКР співвідношення політипів у кристалах *InSe* і *GaSe* при розробленні технологій модифікації напівпровідникових кристалів A<sup>3</sup>B<sup>6</sup>; в Чернівецькому національному університеті імені Юрія Федьковича у навчальних курсах «Генерування і формування сигналів» та «Засоби передавання інформації в системах технічного захисту інформації».

Розроблення експериментального зразка нової багатофункціональної апаратно-програмної системи імпульсного спектрометра ЯКР забезпечить зменшення собівартості апаратури, що може бути ефективно використана в різних галузях науки та техніки:

– матеріалознавство (дослідження симетрії, структури та фазових переходів у кристалах, аналіз дефектності кристалів);

– твердотільна електроніка (контроль структури шаруватих та органічних напівпровідників, створення на їх основі радіаційно-стійких пристроїв);

– боротьба з тероризмом та національна безпека (дистанційне виявлення вибухових на наркотичних речовин);

– радіотехніка та комунікаційні технології (алгоритми формування і оброблення інформаційних сигналів на основі програмованих логікових інтегральних схем) і т. ін.

Крім того, результати дослідження будуть корисними для світової науки при розробленні багатофункціонального комплексу методів ЯКР, подвійних ЯКР-ЯМР і ЯКР-ЯКР резонансів, багатомірної ЯКР спектроскопії, ЯКР-томографії напівпровідникових приладів твердотільної електроніки – радіаційно стійких сенсорів температури, тиску та магнітних полів; джерел струму великої ємності і т. ін.

**Публікації.** За матеріалами дисертації опубліковано 46 наукових праць. З них 1 монографія у співавторстві; 15 статей у наукових журналах та збірниках наукових праць, що включені до Переліку наукових фахових видань України; 8 статей у наукових періодичних виданнях інших держав; 19 тез та матеріалів доповідей на конференціях. 5 наукових статей та 3 тезисні доповіді проіндексовано у міжнародній наукометричній базі WEB OF SCIENCE, 8 наукових статей та 3 тезисні доповіді проіндексовано у міжнародній наукометричній базі Scopus, 6 наукових статей проіндексовано у міжнародній наукометричній базі Index Copernicus. Отримано три патенти України на корисну модель. Аналіз внеску автора в публікації з питань,

висвітлених у дисертації, показав, що внесок А.П. Саміли є вирішальним.

**Особистий внесок здобувача.** Основні наукові результати дисертаційної роботи отримано автором самостійно. У працях, опублікованих у співавторстві, авторові належать: [1] – розроблення теоретичних основ удосконалених методів релаксаційної та імпульсно-резонансної спектроскопії кристалічних структур на основі шаруватих та органічних напівпровідників, глибина проблемної постановки ґрунтується на дослідженні якості напівпровідникових монокристалів шаруватої структури та вивченні їх сенсорних властивостей із застосуванням лабораторного макету радіоспектрометра ЯКР, реалізованого на основі багатофункціонального програмно-керованого цифрового обчислювального ядра; [2, 4] – вирішення проблеми енергоефективності високочастотного передавача портативного ЯКР спектрометра при імпульсному збудженні резонансу шумовими сигналами, моделювання та розроблення схемотехніки пристрою; [5, 27] – застосування удосконаленого методу імпульсного ЯКР для визначення якості напівпровідникового кристалу шаруватої структури; [6, 28, 34] – розроблення алгоритмів формування багатоімпульсних послідовностей, конфігураційної структури ПЛІС та схемних і конструкторсько-топологічних рішень цифрового обчислювального ядра спектрометра; [8, 10, 33, 35, 44, 45] – застосування розроблених методів релаксаційної та імпульсно-резонансної спектроскопії для реєстрації температури на основі монокристалів селеніду галію та індію; [9, 24, 29, 30, 39] – участь у дослідженнях сенсорних властивостей шаруватих напівпровідників, комп'ютерне оброблення експериментальних даних; [11] – вивчення ефективності теоретико-числового базису алгоритмів синтезу цифрових періодичних сигналів, розвиток наукових основ побудови генератора періодичних сигналів на основі вбудованих апаратних систем; [13, 26] – розроблення засобів послаблення проникнення паразитного сигналу з частотою зондуючого імпульсу у приймальний тракт спектрометра; [15, 31, 38] – автором запропоновано реалізувати універсальну апаратно-програмну платформу для відлагодження та проектування систем з великим ступенем інтеграції на

програмованому кристалі; [16, 32] – розроблено метод реалізації, алгоритми функціонування, конфігураційну структуру ПЛІС та схемні рішення цифрової системи керування імпульсним спектрометром ЯКР; [17] – розроблення структурної схеми та конфігураційної структури ПЛІС для ПЦСЧ з мінімальним вмістом спектральних складових вищих порядків; [18, 36] – запропоновані схемотехнічні рішення імпульсного когерентного спектрометра ЯКР з ефективним придушенням перехідного процесу в приймальному тракті; [19, 37] – розрахунок температурної залежності частоти ЯКР  $^{63}\text{Si}$  в  $\text{Si}_2\text{O}$  від температури; [20] – постановка завдання дослідження та співставлення результатів детектування ЯКР методами неперервного та імпульсного спостереження; [21, 40, 41, 46] – постановка завдання та схемотехнічне моделювання високочастотного тракту синхронного детектування слабких сигналів; [22] – розроблення методу пригнічення синхронної завади, створеної зміною полярності магнітного поля; [23] – запропоновано математичні основи аналізу шумових та сигнальних характеристик детектора сигналів ЯКР; [25] – розроблення імітаційної моделі методу імпульсного спостереження ядерного квадрупольного резонансу на основі представлення ЯКР-підсистеми спектрометра узагальненою передавальною характеристикою у випадку збудження умов резонансу коротким одиничним  $\delta$ -імпульсом; [42, 43] – дослідження спектрів ЯКР  $^{115}\text{In}$  у шаруватій сполуці  $\text{InSe}$ .

**Апробація результатів дисертації.** Результати досліджень, що приведені в дисертації, були представлені автором особисто на 19 наукових та науково-практичних конференціях: міжнародна наукова конференція «Актуальные проблемы физики твердого тела» ФТТ-2011 (Мінськ, НАН Республіки Білорусь, ІФТТ, 2011); 2-а, 3-а та 4-а міжнародна науково-практична конференція «Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки» PREDT (Чернівці, ЧНУ ім. Ю. Федьковича, 2012, 2013, 2014); 15-а та 16-а відкрита науково-технічна конференція ІТРЕ НУЛП з проблем електроніки та інфокомунікаційних систем (Львів, НУ «Львівська політехніка», 2012, 2013); науково-практична

конференція «Інформаційно-вимірювальні технології та системи» (Київ, НАУ, 2013); 11-а, 12-а міжнародна SPIE конференція «International Conference on Correlation Optics» (Чернівці, ЧНУ ім. Ю. Федьковича, 2013, 2015); 13-а міжнародна науково-технічна конференція «Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах» ВОТТП-13 (Одеса-Затока, ОНАЗ ім. О.С. Попова, ХНУ, 2014); 12-а та 13-а міжнародна IEEE конференція «Modern Problems of Radio Engineering, Telecommunications, and Computer Science» (TCSET) (Львів-Славське, НУ «Львівська політехніка», 2014, 2016); 5-а міжнародна науково-практична конференція «Фізико-технологічні проблеми передавання, оброблення та зберігання інформації в інфокомунікаційних системах» PREDT (Чернівці, ЧНУ ім. Ю. Федьковича, 2016).

**Структура та обсяг дисертації.** Робота складається з переліку умовних скорочень, вступу, шести розділів, висновків, списку використаних джерел і 5 додатків. Загальний обсяг роботи складає 330 сторінок друкарського тексту, із них 148 рисунків, 10 таблиць, список використаних джерел із 223 найменувань, 5 додатків на 33 сторінках. Додатки містять електричні принципові схеми, коди програмного забезпечення, акти впровадження результатів дисертаційної роботи, а також список праць автора.

## РОЗДІЛ 1

### Ядерний квадрупольний резонанс та методи неруйнівного контролю параметрів первинних матеріалів електронної техніки

#### 1.1. Ядерний квадрупольний резонанс

Метод ядерного квадрупольного резонансу ґрунтується на поглинанні енергії радіохвиль за рахунок зміни орієнтації квадрупольних моментів атомних ядер в неоднорідному електричному полі, створеному зовнішніми, стосовно ядра зарядами. Рівні квадрупольної енергії в твердій речовині виникають при взаємодії квадрупольних моментів з неоднорідним електричним полем в місці знаходження резонуючого ядра, тому спектр ЯКР відображає розподіл електронної густини поблизу певного атома. У цьому і полягає унікальність методу ЯКР при дослідженні тонких особливостей будови хімічних сполук.

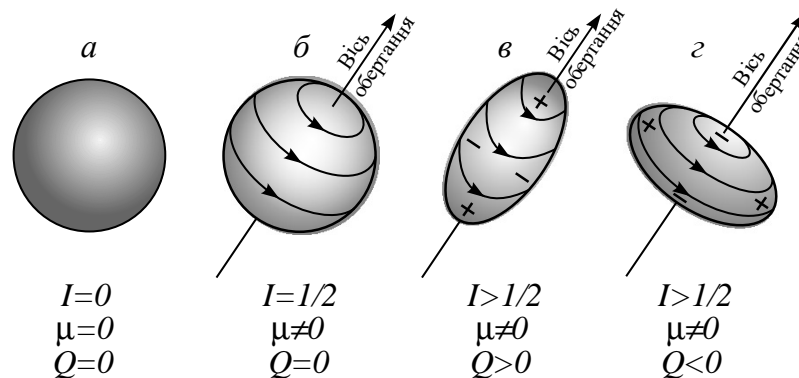


Рис. 1.1. Якісне представлення типів ядер, ( $I$  – спін ядра,  $\mu$  – магнітний момент,  $Q$  – квадрупольний момент): неквадрупольні ядра (а, б); квадрупольні ядра (в, г) з різним знаком квадрупольного моменту та  $I > 1/2$  [1].

Вибір об'єктів для дослідження, певною мірою, обмежений наявністю в досліджуваній речовині ядер, що володіють квадрупольним моментом (спін ядра  $I \geq 1$ ). Тим не менш, в періодичній системі міститься достатньо велика кількість елементів з відмінним від нуля ядерним квадрупольним моментом.



Дані про стабільні ізотопи деяких ядер зведені до таблиці 1.1 [2, 3]. Метод ЯКР дозволяє вивчати розподіл електронної густини у великій кількості хімічних сполук, до складу яких входять атоми елементів, що містять квадрупольні ядра.

Таблиця 1.1.

Характеристики стабільних ізотопів ядер зі спіном  $I \geq 1$

Елемент	Масове число	Природний вміст	Спін ядра, $I$	Магнітний момент	Гіромагнітне відношення, (гц · гс <sup>-1</sup> )	Квадрупольний момент, $Q \cdot 10^{-14}$ см <sup>2</sup>
<i>N</i>	14	99,635	1	0,40357	3076	0,02
<i>Na</i>	23	100	3/2	2,2161	1126,2	0,1
<i>Cl</i>	35	75,4	3/2	0,82089	4172	-0,0797
<i>Cl</i>	37	24,6	3/2	0,68329	3472	-0,0621
<i>Cu</i>	63	69,1	3/2	2,2206	1128,5	-0,15
<i>Cu</i>	65	30,9	3/2	2,3790	1209	-0,14
<i>Ga</i>	69	60,2	3/2	2,0108	1021,8	0,19
<i>Ga</i>	71	39,8	3/2	2,5549	1298,4	0,12
<i>In</i>	113	41,6	9/2	5,4960	9310	1,144
<i>In</i>	115	95,84	9/2	5,5072	9329	1,161

Заряди в атомному ядрі прецесують навколо осі, що збігається із напрямком ядерного спіну, причому, за період усереднення заряди за межами ядра майже не змінюють свого положення. Таким чином, розподіл зарядів у ядрі можна розглядати аксіально-симетричним. У системі координат, вісь  $z$  якої спрямована вздовж вісі симетрії ядра, недиагональні члени тензора квадрупольного моменту  $Q_{jk}$  повертаються в нуль, а діагональні виявляються пов'язаними співвідношенням:

$$eQ_{xx} = eQ_{yy} = -eQ_{zz} / 2.$$

У результаті – тензор квадрупольного моменту визначається через одну компоненту, яка і називається ядерним квадрупольним моментом:

$$eQ_{zz} = \int \rho(3z^2 - r^2) d\tau, \quad (1.1)$$

де  $\rho$  – густина зарядів у ядрі;  $d\tau$  – елемент об'єму в системі координат  $x, y, z$ , жорстко пов'язаній з ядром. У випадку сфери – права частина виразу (1.1) рівна нулеві, тому квадрупольний момент характеризує величину відхилення

зарядів у ядрі від сферичної симетрії.

Електронне оточення квадрупольного ядра в молекулі, що не володіє сферичною симетрією, створює неоднорідне електричне поле, яке характеризується його градієнтом напруженості на ядрі  $eq$  (рис. 1.1) [1]. Має місце взаємодія ядра, що володіє електричним квадрупольним моментом  $eQ$ , із градієнтом поля  $eq$ . Енергія цієї взаємодії залежить від орієнтації еліпсоїдального квадрупольного ядра відносно системи головних осей тензора градієнта електричного поля (ГЕП), а її мірою є константа квадрупольної взаємодії  $e^2qQ$ .

Аналогічно тому, як квантується енергія обертового електрона в полі ядра, квантується і енергія квадрупольної взаємодії. Іншими словами – можливі різні квантовані орієнтації ядерного квадрупольного моменту і відповідні квадрупольні рівні енергії. Ці рівні притаманні певній молекулярній системі, тобто є її властивістю, на відміну від зеемановських рівнів ядер і електронів у спектроскопії ядерного магнітного і електронного парамагнітного резонансів (ЯМР і ЕПР), які з'являються при впливі зовнішнього магнітного поля. Різниці енергій, як і самі енергії квадрупольної взаємодії, що залежать від електричного квадрупольного моменту ядра  $eQ$  і градієнта неоднорідного електричного поля  $eq$ , невеликі і переходи відповідають радіочастотному (РЧ) діапазону  $10^4 \dots 10^9$  Гц. Прямі методи спостереження ЯКР використовуються для частот вище 2 МГц.

Поглинання випромінювання, пов'язане з квадрупольними переходами, можна спостерігати тільки в твердій фазі, так як в газах і рідинах хаотичний рух і неупорядкованість молекул усереднюють градієнт електричного поля на ядрі та розщеплення квадрупольних рівнів енергії не відбувається. Значення квадрупольних моментів ядер зазвичай відомі і експериментальні дослідження спектрів ЯКР проводяться для отримання частот переходів, констант квадрупольного взаємодії, а значить, і параметрів асиметрії градієнта електричного поля  $\eta$ , тобто структурних даних, інформації про розподіл зарядів і характер хімічних зв'язків. Наприклад, чим більш іонний

характер зв'язку з даним атомом, тим менша величина градієнта поля і  $e^2qQ$ . І навпаки, чим більш ковалентним є хімічний зв'язок, тим більша відповідна константа квадрупольної взаємодії.

Дані ЯКР надають можливість експериментальної перевірки результатів квантово-механічних розрахунків і наближеного розгляду ряду проблем, пов'язаних із внутрішньо-міжмолекулярною взаємодією. Метод спектроскопії ЯКР важливий, як аналітичний при роботі з твердими речовинами, які допускають вирощування великих монокристалів.

При розрахунку рівнів квадрупольної енергії прийнято виділяти два випадки. Найбільш простим з них є випадок аксіальної симетрії градієнта електричного поля [4, 5]. Енергія взаємодії ядерних і електронних зарядів може бути записана в класичному виді:

$$W_Q = \int \rho V d\tau,$$

де  $\rho$  – густина заряду в ядрі,  $V$  – потенціал, що створюється електронною оболонкою в точці ядра,  $d\tau$  – елемент об'єму ядра.

Розкладаючи потенціал в ряд Тейлора, після перетворень отримаємо:

$$W_Q = \frac{eQq_{zz}}{4I(2I-1)} [3m^2 - I(I+1)], \quad (1.2)$$

де  $eQq_{zz}$  – величина квадрупольного зв'язку,  $I$  – спин ядра,  $m$  – магнітне квантове число. Вираз (1.2) справедливий тільки для випадку  $q_{xx} = q_{yy}$ , де  $q_{xx}$ ,  $q_{yy}$ ,  $q_{zz}$  – компоненти градієнта електричного поля кристалу.

У кристалах середній градієнт поля постійний в часі та приблизно однаковий для усіх ядер зразка. Тому можна спостерігати спектр, відповідний переходам даного типу ядер між рівнями квадрупольної енергії. Вираз (1.2) дозволяє оцінити частоту квадрупольного резонансу, враховуючи, що правило відбору має вигляд  $\Delta m = \pm 1$ . На рис. 1.2 представлені рівні квадрупольної енергії для спінів  $3/2$ ,  $5/2$ ,  $7/2$  і  $9/2$ , а також показані відповідні переходи. У випадку спіна  $9/2$  спостерігається чотири частоти переходу.

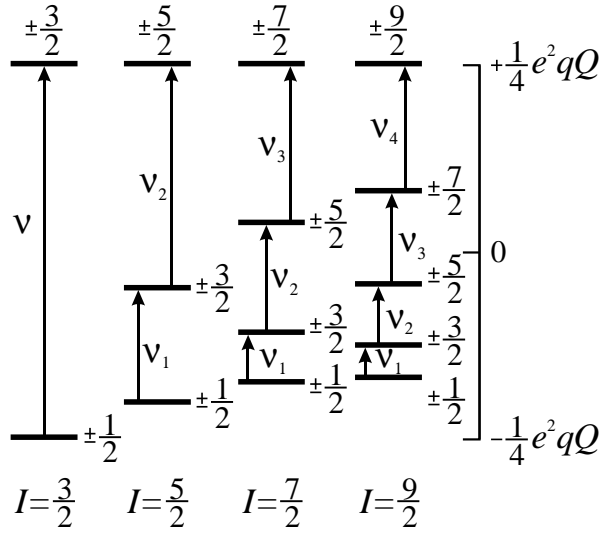


Рис. 1.2. Рівні ядерної квадрупольної енергії для чотирьох значень спінів у випадку аксіальної симетрії градієнта електричного поля

У роботах [1, 6] розглядався випадок, коли припущення про аксіальну симетрію градієнта електричного поля немає місця. Зазвичай, для характеристики міри відхилення градієнта від аксіальної симетрії вводиться параметр асиметрії:

$$\eta = \left| \frac{q_{xx} - q_{yy}}{q_{zz}} \right|.$$

В даному випадку:

$$\left. \begin{aligned} q_{xx} &= \left( -\frac{1}{2} + \frac{\eta}{2} \right) q_{zz}, \\ q_{yy} &= \left( -\frac{1}{2} - \frac{\eta}{2} \right) q_{zz}. \end{aligned} \right\}$$

Енергія квадрупольної взаємодії може бути записана у формі гамільтоніану:

$$H_Q = \frac{eQq_{zz}}{4I(2I-1)} \left[ (3\hat{I}_z^2 - \hat{I}^2) + \frac{\eta}{2} (\hat{I}_+^2 + \hat{I}_-^2) \right],$$

де  $\hat{I}$  – оператор ядерного спіну,  $\hat{I}^2 = \hat{I}_x^2 + \hat{I}_y^2 + \hat{I}_z^2$ ,  $\hat{I}_\pm = \hat{I}_x \pm i\hat{I}_y$ . Враховуючи, що параметр асиметрії звичайно значно менший одиниці, можна трактувати другий член в гамільтоніані як збурення. Завдання обчислення рівнів

квадрупольної енергії в даному випадку еквівалентне завданню асиметричної дзиги в обертальних спектрах [4, 6]. Оскільки незбурений оператор має двократне виродження, то доводиться скласти секулярне рівняння. У загальному випадку для напівцілого спіну секулярне рівняння  $2I + 1$  степені може бути розбите на два ідентичні рівняння степені  $I + 1/2$ . Для  $I = 3/2$  (випадок *Ga*) можуть бути отримані замкнуті формули:

$$\left. \begin{aligned} W_{m=\pm\frac{1}{2}} &= -\frac{1}{4}eQq_{zz} \left(1 + \frac{1}{3}\eta^2\right)^{1/2}, \\ W_{m=\pm\frac{3}{2}} &= \frac{1}{4}eQq_{zz} \left(1 + \frac{1}{3}\eta^2\right)^{1/2}. \end{aligned} \right\}$$

Для  $I = 5/2$ :

$$\left. \begin{aligned} W_{m=\pm\frac{1}{2}} &= -\frac{1}{5}eQq_{zz} \left(1 + \frac{4}{9}\eta^2 - \frac{172}{729}\eta^4 + \frac{15322}{59049}\eta^6\right), \\ W_{m=\pm\frac{3}{2}} &= -\frac{1}{20}eQq_{zz} \left(1 - \frac{3}{2}\eta^2 - \frac{23}{24}\eta^4 - \frac{449}{432}\eta^6\right), \\ W_{m=\pm\frac{5}{2}} &= \frac{1}{4}eQq_{zz} \left(1 + \frac{1}{18}\eta^2 + \frac{17}{5832}\eta^4 - \frac{143}{944784}\eta^6\right). \end{aligned} \right\}$$

Аналогічно для спіну  $I = 7/2$  можна приблизно отримати:

$$\left. \begin{aligned} W_{m=\pm\frac{1}{2}} &= -\frac{5}{28}eQq_{zz} \left(1 + \frac{5}{6}\eta^2 - \frac{311}{216}\eta^4\right), \\ W_{m=\pm\frac{3}{2}} &= -\frac{3}{28}eQq_{zz} \left(1 - \frac{31}{30}\eta^2 + \frac{21967}{9000}\eta^4\right), \\ W_{m=\pm\frac{5}{2}} &= \frac{1}{28}eQq_{zz} \left(1 + \frac{5}{6}\eta^2 + \frac{25}{216}\eta^4\right), \\ W_{m=\pm\frac{7}{2}} &= \frac{7}{28}eQq_{zz} \left(1 + \frac{1}{30}\eta^2 + \frac{29}{27000}\eta^4\right). \end{aligned} \right\}$$

Приведені формули дозволяють розрахувати частоту поглинання за відомою величиною квадрупольного зв'язку і параметром асиметрії. При  $\eta = 0$  та  $I = 9/2$  частоти переходів співвідносяться як прості цілі числа: 1:2:3:4 (випадок *In* у *InSe*). Проте, обчислення величини квадрупольного зв'язку пов'язане з розрахунками багатоелектронних систем, тому

експериментальний вимір цієї величини має значний теоретичний і практичний інтерес.

Величина градієнта електричного поля в безпосередній близькості до резонуючого ядра залежить від виду хвильової функції або, іншими словами, від розподілу зарядів поблизу ядра. Градієнт електричного поля при сферично-симетричному розподілі зарядів дорівнює нулю. Тому замкнуті електронні оболонки іонів і валентні *s*-електрони не впливають на спектр ЯКР (зрозуміло, якщо не враховувати поляризаційних ефектів, які деформують їх сферичну симетрію). Електрони несферичних *d*- і *f*-оболонок, що володіють низькою щільністю в ядрі, впливають істотно менше, ніж електрони *p*-оболонок (вклад в градієнт поля становить менше 10% від вкладу *p*-електронів з таким же головним квантовим числом). Можна вважати, що основний внесок в квадрупольних взаємодіях дають валентні *p*-електрони [5]. Отже, константи квадрупольного взаємодії та частоти ЯКР можуть бути інтерпретовані в термінах *p*-електронної щільності поблизу досліджуваного ядра і, особливо просто, використані для визначення відносних *p*-електронних густин в ряді однотипних молекул.

Особливістю ЯКР є залежність частоти від температури, яка була виявлена уже в перших дослідженнях. У міру зниження температури в більшості сполук частота резонансу зростає. Хоча температурні коефіцієнти частот для різних сполук неоднакові, але за порядком величина зміни температури складає  $\sim 10^{-4} \text{ K}^{-1}$  [6]. Пояснюється температурна залежність частот ЯКР впливом граткових коливань. Якщо кристал побудований з молекул, то природно припустити, що коливання молекул, як цілого відбуватимуться на більш низьких частотах у порівнянні з частотами внутрішньомолекулярних коливань, оскільки сили зчеплення між молекулами в гратці слабші, ніж між атомами самої молекули. Всі коливання гратки прийнято поділяти на обертальні, вібраційні і трансляційні. Своєю чергою, трансляційні коливання поділяються на акустичні та оптичні. При обертальних гойданнях молекула відчуває в гратці малі коливання навколо

нерухомого центру тяжіння. Частоти цих гойдань в молекулярних кристалах досягають  $10^{12}$  Гц, що значно перевищує частоти ЯКР ( $10^7 - 10^8$  Гц). Оскільки, із збільшенням температури амплітуда обертальних гойдань зростає, то середнє значення ГЕП повинно зменшуватися. Саме обертальні гойдання молекул в ґратці надають найбільший вплив на температурну залежність частот ЯКР, що вперше було показано Байєром [4, 6].

Існують стаціонарні та імпульсні методи спостереження сигналів ЯКР в області частот від  $\sim 2$  до 1000 МГц. Методи спектроскопії ЯКР широко розповсюджені в хімічних лабораторіях. Вони більш зручні при вивченні складних мультиплетних спектрів, які характерні для шаруватих напівпровідників типу GaSe, InSe завдяки наявності політипних модифікацій в їх кристалічній структурі. Результати, отримані з допомогою ЯКР, унікальні й цінні в дослідженнях структури матеріалів.

## **1.2. Стаціонарний метод спостереження ЯКР**

Експериментальні методи спостереження резонансних частот ЯКР поділяються на стаціонарні та імпульсні. У стаціонарній методиці досліджувана речовина опромінюється змінним радіочастотним полем. При проходженні через резонансні частоти вимірюється поглинання енергії цього поля квадрупольними ядрами.

ЯКР застосовується тільки для твердої фази речовини, у зв'язку з цим мають місце широкі лінії спектру, що є нетиповими для спектрів у рідинах або газах. Тому на першій стадії розвитку радіоспектроскопії твердого тіла використовувався стаціонарний (неперервний) метод спостереження резонансних спектрів. Головна особливість методу полягає в розгортці резонансного спектру шляхом сканування частоти. Найбільш широко для спостереження резонансу використовується, так званий, «спіновий детектор», в якому резонансний сигнал реєструється за рахунок поглинання енергії радіочастотних коливань з коливального контуру вимірювальної схеми генератора. На рис. 1.3 наведено принцип дії радіоспектрометра

неперервної дії для дослідження твердих тіл.

У даному випадку чутливим давачем ЯКР є коливальний контур із зразком, підключеним до високочастотного (ВЧ) генератора через імпеданс зв'язку  $Z_{зв}$ . Резонанс виявляється за поглинанням високочастотної енергії в  $LC$  контурі, що спостерігається у вигляді модуляції рівня коливань генератора на частоті  $\omega_0$ . Продетектований сигнал резонансу підсилюється підсилювачем з малим рівнем власних шумів (МШП) і подається на пристрій реєстрації (В). При слабкому рівні сигналів, як правило, використовується низькочастотна (НЧ) модуляція ефекту ЯКР або періодична зміна зовнішнього магнітного поля. З метою поліпшення співвідношення сигнал/шум подальше оброблення сигналу полягає у вузькосмуговому підсиленні та демодуляції за допомогою синхронного детектора. При особливо слабких співвідношеннях сигнал/шум може застосовуватися цифрове накопичення та усереднення резонансних спектрів.

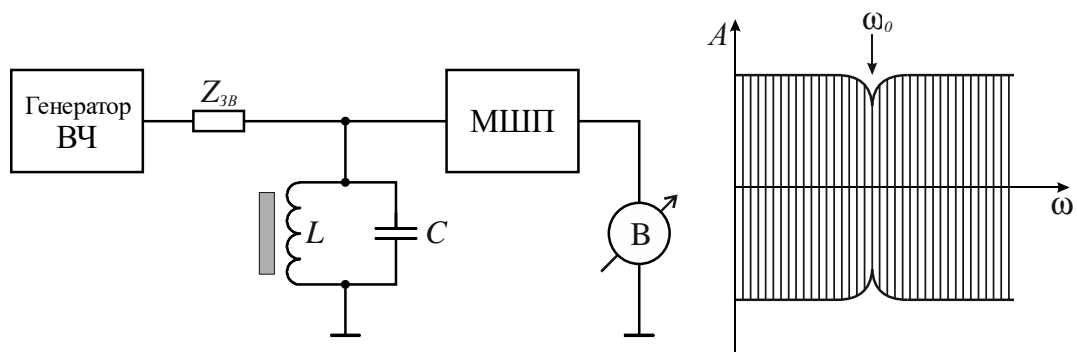


Рис. 1.3. Схема принципу проведення стаціонарного експерименту ЯКР

Найпростішим і зручним, з погляду реалізації спін- детектора та його застосування, як давача резонансних сигналів, є автогенератор високої частоти з малим рівнем генерації, так званий, «автодин» або «пороговий генератор». Останнє, власне, визначає принцип роботи автодина, котрий працює в режимі близькому до зриву генерації. У цьому випадку реалізується максимум чутливості до зовнішніх впливів – до поглинання радіочастотного поля спіновою системою ядер досліджуваного зразка [2, 7].



Простота техніки детектування та широкий діапазон ізотопів, що досліджуються шляхом переналагоджування частоти автогенератора, відіграють вирішальну роль при виборі давача сигналів для ЯКР спектрометра неперервної дії. При застосуванні автодина відносно легко вирішується питання температурних досліджень в ЯКР.

Виходячи зі структурної схеми радіоспектрометра [2, 6], в першому наближенні, радіоспектрометр можна вважати лінійною системою підсилювальних каскадів з коефіцієнтами шуму  $F_1, F_2, F_3 \dots F_n$ , а також коефіцієнтами підсилення  $K_1, K_2, K_3 \dots K_n$ . Тоді загальний коефіцієнт шуму всього пристрою можна знайти за формулою Фрїсса [8]:

$$F = 1 + F_1 - 1 + \frac{F_2 - 1}{K_1} + \frac{F_3 - 1}{K_2 K_3} + \dots \quad (1.3)$$

З формули (1.3) видно, що загальний коефіцієнт шуму визначається, головним чином, першим каскадом пристрою. Тобто наступні каскади пристрою не відіграють суттєвої ролі у формуванні співвідношення сигнал/шум на виході спектрометра.

Автогенераторний метод детектування розглядався в багатьох роботах, зокрема, в [2, 7, 9, 10]. Проте, спроби дати аналіз факторів, що визначають чутливість автодина, наштовхуються на труднощі, пов'язані, в першу чергу, з нелінійністю генератора. Крім цього, функціональна складність спінового детектора, незважаючи на явну простоту схеми, також вносить проблеми не тільки в теоретичний розрахунок оптимальних умов, але і у практичну реалізацію таких режимів.

Автодинний спін-детектор (рис. 1.4) сконструйований на основі ємнісної триточки із застосуванням польових транзисторів. Така модифікація автодина відома під назвою «схема Гопкінса» [2] і дала можливість отримати кращі шумові характеристики в порівнянні з іншими існуючими аналогами [9-11]. У схемі спін-детектора застосований польовий транзистор з  $p$ - $n$ -переходом BF245C з малим коефіцієнтом шуму ( $F = 1,5$  дБ) і досить високою крутизною перехідної характеристики ( $g = 6$  мА/В). Вхідна ємність затвор-

витік становить  $C_{iss} = 4$  пФ. Робочий примірник транзистора вибирався з партії виробів за критерієм якості –  $q$ , що визначається, як  $q = g_m/C_{iss}F$  [11]. Так, для даної партії транзисторів середнє значення параметру якості становить  $q \approx 0,6$ , тоді, як для відібраних примірників параметр якості складає  $q \geq 1,0$ .

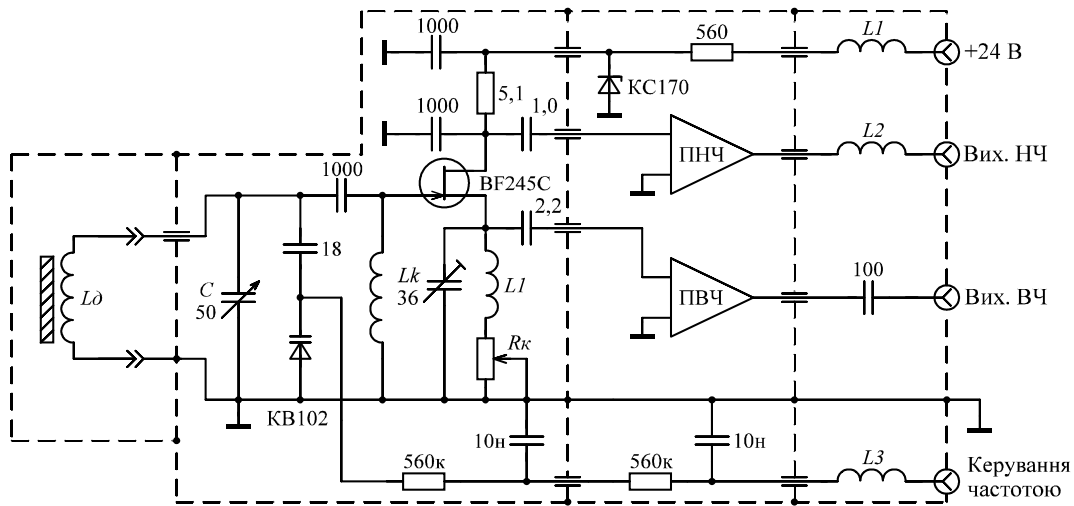


Рис. 1.4. Асиметрична схема автодинного детектора для ЯКР

Використання автодинного спін-детектора, побудованого за асиметричною схемою, показало ряд недоліків при детектуванні спектрів ЯКР.

Конструкція асиметричного спін-детектора виконується зазвичай таким чином, що для зв'язку котушки зі зразком з генераторною частиною схеми застосовують жорстку коаксіальну лінію. Довжина останньої визначається, найчастіше, розмірами кріостатного пристрою [12]. Недоліком таких конструкцій є їхня асиметрія відносно заземленого екрану. Одним з проявів такої асиметрії є існування паразитного ефективного витка, утвореного центральним проводом коаксіального елемента, котушкою індуктивності зі зразком і зовнішнім екраном. За рахунок вібрації, наприклад, при кипінні рідкого азоту або гелію, а також при модуляції магнітного поля, коаксіальна лінія стає джерелом низькочастотної електрорушійної сили, що

набагато перевищує власні шуми генераторного каскаду. У цьому випадку проведення температурних вимірів ЯКР може виявитися ускладненим або навіть неможливим. Незважаючи на те, що такі пристрої мають високу чутливість до спінового резонансу і при цьому досить прості у виконанні, чутливість до магнітних наведень і акустичних шумів не дозволяє реалізувати їх можливості при вимірі слабких сигналів.

### 1.3. Шумові та сигнальні характеристики спін-детекторів з підвищеною завадостійкістю

Розглянемо автодинний спін-детектор, зібраний за схемою ємнісної триточки [13]. Для аналітичної оцінки рівня шумів авторами використано малосигнальну схему даного спін-детектора, що зображена на рис. 1.5 [14-17]. Схема умовно розділена на три функціональні вузли: *a* – коливальний контур, *б* – вхідне коло, *в* – коло зворотнього зв'язку.

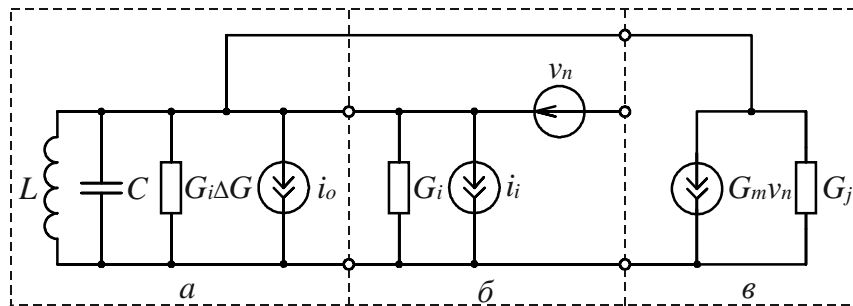


Рис. 1.5. Малосигнальна схема автодинного детектора

При виконанні умов резонансу змінюється опір  $|\Delta Z|$  і тангенс кута втрат паралельного коливального контуру  $LC$  автодинного спін-детектора. Це викликає зміну амплітуди і частоти генерованих на ньому високочастотних коливань. Зміну амплітуди напруги на  $LC$  контурі спін-детектора, за рахунок резонансного поглинання, можна подати [18]:

$$\Delta U_{mg} = -2\pi\xi Q\chi' \frac{(8S/|S''| - U_{mg}^2)}{U_{mg}},$$

де  $S$  – крутизна характеристики транзистора;  $S''$  – друга похідна крутизни характеристики транзистора;  $\xi$  – коефіцієнт заповнення об'єму котушки зразком;  $Q$  – добротність коливального контуру;  $\chi'$  – ядерна магнітна сприйнятливність.

Коливальний  $LC$  контур автодинного спін-детектора характеризується еквівалентною паралельною провідністю  $G_0$  і пов'язаним з нею шумом  $i_0$ . Додаткова провідність  $\Delta G$  відповідає резонансному поглинанню. Коливальний контур можуть шунтувати, як елементи вхідного кола, так і повна провідність вхідного кола радіоспектрометра. Ємнісна частина цієї повної провідності врахована у величині  $C$ , тоді як частини, які пов'язані з активними складовими опору, входять в  $G_i$  [14]. Генератор струму вхідних шумів  $i_i$  формується з відповідних квадратичних комбінацій теплових шумів усіх шунтуючих елементів і шумом, пов'язаним з вхідним струмом підсилювального пристрою. Послідовно включений генератор шумової напруги  $v_n$  відповідає величині дробового шуму, приведеного до входу. Це джерело моделює також і шуми пристрою, пропорційні  $1/f$ . Коло зворотнього зв'язку (33) включає генератор  $G_m v_1$  з нелінійною характеристикою:

$$G_m v_1 = \alpha v_1 + \beta v_1^2 + \gamma v_1^3. \quad (1.4)$$

Зазвичай  $\alpha$  додатня величина, а  $\gamma$  – від'ємна. Знак  $\beta$  не впливає на поведінку спектрометра [14].

Активну частину еквівалентної повної провідності становить провідність зворотного зв'язку  $G_j$ , частина ємності даної провідності включена в  $C$ . Сумарна провідність схеми рівна:

$$G = G_0 + G_i - G_j.$$

Щоб знайти частоту і рівень генерації у відсутності збурень, слід прирівняти праву частину рівняння (1.4) до нуля. Вважаючи, що:

$$v = E \cos \omega_0 t,$$

і залишивши тільки член з  $\omega_0$ , отримано:

$$\omega_0^2 = (LC)^{-1},$$

$$E^2 = 4(G - \alpha)3\gamma,$$

де для стабільної генерації вимагається  $\alpha > G$  і  $\gamma < 0$ . Зазначимо, що рівень генерації у відсутності збурень не залежить від  $\beta$ .

Еквівалентна паралельна провідність коливального контуру  $G_0$ :

$$G_0 = \left[ \frac{0,525 \cdot D \cdot N \cdot \sqrt{f_0}}{d} \cdot 10^{-3} \right]^{-1},$$

де  $f_0$  – несуча частота сигналу,  $D$  – діаметр котушки;  $h$  – висота котушки;  $d$  – діаметр провідника обмотки;  $N$  – кількість витків обмотки;  $\tau$  – крок намотування обмотки.

Провідність вхідного кола  $G_i$  та провідність кола ЗС  $G_j$ :

$$G_i = \left[ 4\rho l / \pi d^2 \right]^{-1},$$

де  $\rho$  – питомий опір провідника,  $l$  – довжина з'єднувального провідника,  $d$  – його діаметр.

Якщо функцію спектральної густини безпосередніх шумів котушки позначити  $S_L(f_0) = 4kTG_0 \cdot \Delta f$ , то коефіцієнт шуму автодинного спіндетектора дорівнює:

$$K_{ш} = \frac{S_t(f_M)}{S_L(f_0)}, \quad (1.5)$$

де  $S_t(f_M) = S_d(f_M) + S_m(f_M)$  – повна спектральна густина вхідних шумів. У формулі (1.5)  $\Delta f$  – шумова смуга пропускання генератора. Оскільки, для польових транзисторів з  $p$ - $n$  переходом шуми типу  $1/f$  відносно невеликі [19, 20], то спектральною густиною  $S_m(f_M)$  можна нехтувати. Тоді повна спектральна густина вхідних шумів приблизно рівна:

$$S_t(f_M) \approx S_d(f_M).$$

Спектральна густина шумів  $S_d(f_M)$  на частоті модуляції  $f_M$  [14]:

$$S_d(f_M) = \frac{S_{i_n}(f_0) + \alpha^2 \cdot S_{v_n}(f_0)}{2C^2(\omega_M^2 + \omega_p^2)},$$

де  $S_{i_n}(f_0)$  та  $S_{v_n}(f_0)$  – спектральна густина джерел шумового струму  $i_n$  та шумової напруги  $v_n$  на несучій частоті  $f_0$ ,  $\omega_p = -3\gamma E^2 / 4C$  – коефіцієнт, який характеризує смугу пропускання,  $\omega_M = 2\pi f_M$  – циклічна частота модуляції.

Чутливість спектрометра  $\chi_s''$  [14, 21], яка залежить від частоти модуляції  $f_M$ , рівня ВЧ напруги на коливальному контурі  $E$ , індуктивності котушки  $L$  і шумових характеристик схеми, визначається виразом (1.6). Цю величину можна безпосередньо порівняти з очікуваною величиною ядерної сприйнятливості. Чим менший параметр чутливості  $\chi_s''$ , тим менші концентрації досліджуваної речовини дозволяє спостерігати радіоспектрометр:

$$\chi_s'' = \frac{\omega_M \cdot L}{E} \sqrt{S_{i_n}(f_0) + \alpha^2 \cdot S_{v_n}(f_0)}. \quad (1.6)$$

Для визначення амплітуди ВЧ коливань на коливальному контурі  $E$  необхідно врахувати нелінійний характер залежності струму стоку  $i_c$ , від напруги затвор-витік  $u_{зв}$  польового транзистора [16]:

$$i_c = \alpha u_{зв} + \gamma u_{зв}^3,$$

де коефіцієнти:  $\alpha = |S|$ ,  $\gamma = -|S| / 3U_H^2$  ( $U_H$  – напруга затвор-витік насичення).

Тоді амплітуда ВЧ коливань на коливальному контурі спіно-детектора  $E$  з врахуванням розмірного коефіцієнту:

$$E = \sqrt{4 \frac{G - \alpha}{3\gamma}}.$$

Коливальний контур автодинного спіно-детектора шунтується польовим транзистором [22]. Для визначення шумів транзистора з  $p$ - $n$  переходом його заміщено малосигнальною еквівалентною схемою [23, 24]. Розглянуто два випадки побудови еквівалентних схем спінових детекторів в малосигнальному наближенні: асиметричну (рис. 1.6) та симетричну

(рис. 1.7).

Сумарний шумовий струм схеми приведеної на рис. 1.6 дорівнює сумі шумового струму коливального  $LC$  контуру  $\langle |i_0|^2 \rangle = 4kTG_0\Delta fQ^2$  і шумового струму  $i_i = i_{n\alpha} / K'$  з урахуванням ефекту стокового детектування [8, 11, 14]:

$$i_n = i_0 + i_i = \sqrt{4kTG_0\Delta fQ^2} + i_{n\alpha} / K'.$$

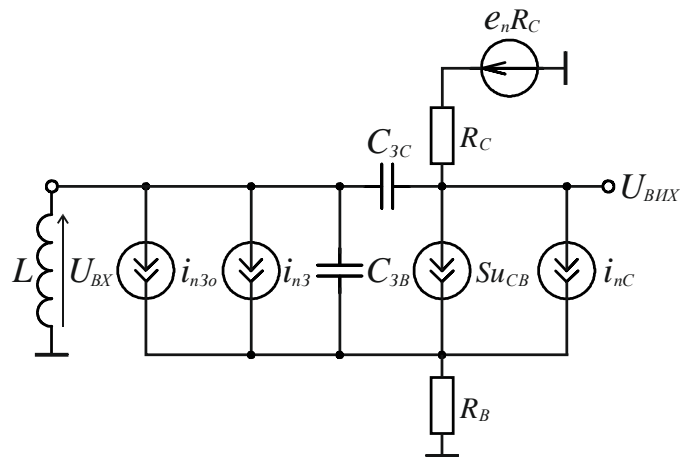


Рис. 1.6. Еквівалентна схема асиметричного спін-детектора

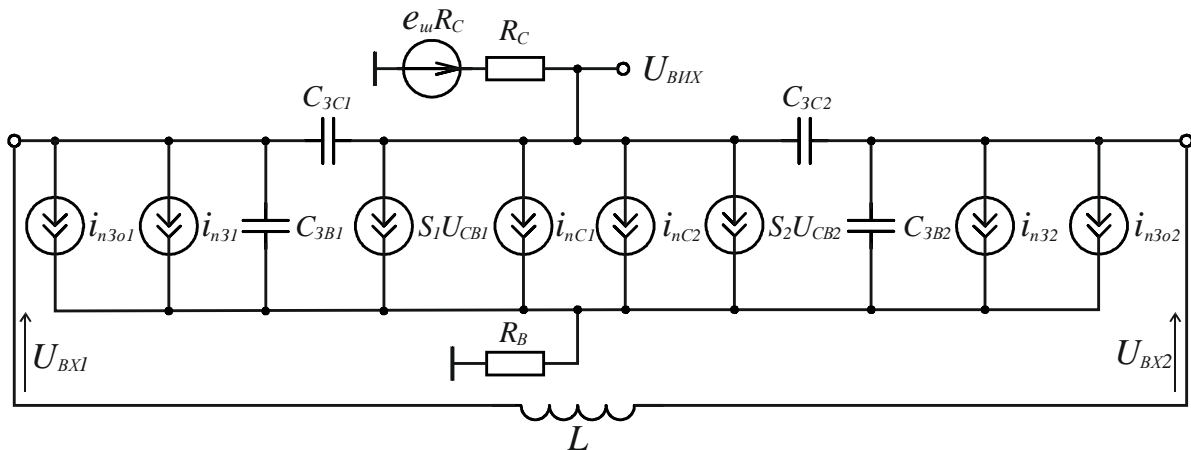


Рис. 1.7. Еквівалентна схема симетричного спін-детектора

На рис. 1.6 і рис. 1.7  $\langle |i_{nc}|^2 \rangle = 8kTS / 3$  – середньоквадратичний шумовий струм, зумовлений кінцевим опором каналу транзистора з  $p-n$  переходом,  $\langle |i_{n3}|^2 \rangle = 0,3(4kT / S) \omega_0^2 \cdot C_{3B}$  – середньоквадратичне значення струму

теплового шуму каналу транзистора, викликаного флуктуаціями заряду в збідненій області затвор-канал, і  $\langle |i_{нз0}|^2 \rangle = 2qI_{зоб}$  – середньоквадратичне значення шумового струму, викликаного проходженням постійного струму через бар'єрні переходи в польовому транзисторі. У приведених формулах  $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$  Дж/К – постійна Больцмана,  $\omega_0 = 2\pi f_0$  – кутова частота несучого сигналу,  $q = 1,6 \cdot 10^{-19}$  Кл – заряд електрона.

Розрахунок коефіцієнту шуму, чутливості і моделювання залежностей їх величин від параметрів  $E$ ,  $Q$  і  $f_M$  для схем асиметричного та симетричного спін-детекторів, зображених на рис. 1.6 та рис. 1.7. При проведенні розрахунків враховані технічні характеристики транзисторів BF245C [22], що використані при виготовленні лабораторних макетів автодинних спін-детекторів (рис. 1.8). На рис. 1.8 літерою «А» показано положення робочої точки на передавальній характеристиці транзистора.

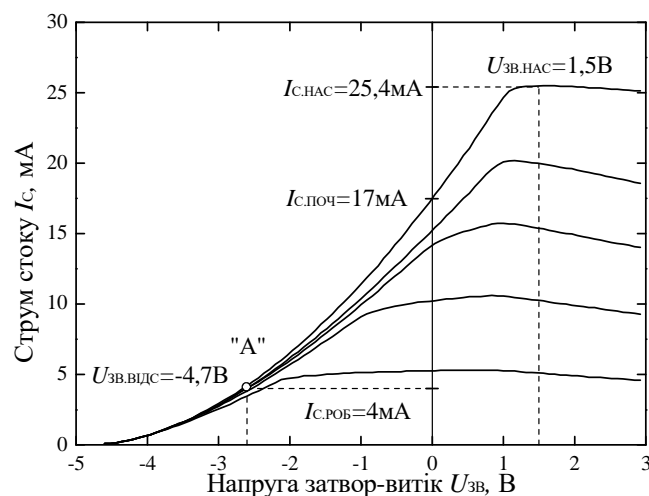


Рис. 1.8. Сімейство прохідних характеристик транзистора BF245C

Залежність коефіцієнта шуму  $K_{ш}$  і чутливості  $\chi''$  симетричного автодина від амплітуди ВЧ коливань  $E$  при котушках з різними  $Q$  показана на рис. 1.9 [25]. Амплітуда ВЧ коливань залежить від наступних параметрів схеми: провідності коливального контуру  $G_0$  і, відповідно, його добротності  $Q$ , провідність кола  $33 G_j$ , крутизни і нелінійності характеристик транзистора.



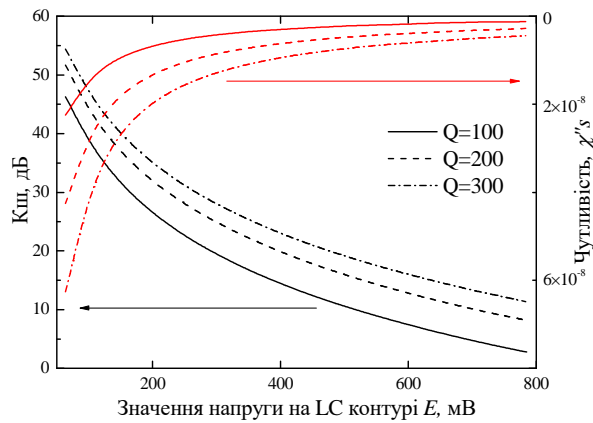


Рис. 1.9. Залежність коефіцієнта шуму і чутливості від напруги ВЧ на контурі симетричного автодина

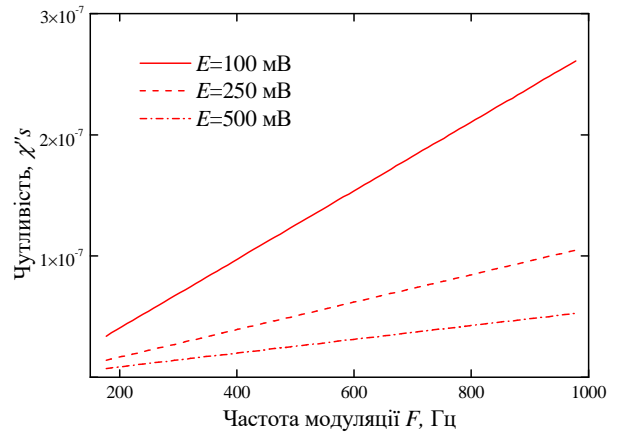


Рис. 1.10. Залежність чутливості  $\chi''$  симетричного автодина від частоти модуляції

Залежність на рис. 1.9 отримана шляхом зміни провідності кола  $33 G_j$  на частоті модуляції  $f_M = 100$  Гц та частоті несучих коливань  $f_0 = 28$  МГц. Також при аналізі схем авторами досліджена залежність чутливості  $\chi'$  від частоти модуляції [25], промодельована для несучої  $f_0 = 28$  МГц, при різній нарузі ВЧ на контурі (рис. 1.10).

При розрахунку провідності  $G_0$  та  $G_j$  враховані конструктивні параметри соленоїдальної котушки LC – контуру (таблиця 1.2), елементів кола  $33$  і питома провідність застосованих матеріалів.

Таблиця 1.2.

Конструктивні параметри соленоїдальної котушки

Параметр	Значення	Параметр	Значення
Індуктивність $L$	0,5 мкГн	Діаметр провідника $d$	0,2 см
Діаметр котушки $D$	1,8 см	Кількість витків $N$	8
Висота котушки $h$	2 см	Крок намотування $\tau$	0,25 см

Залежність коефіцієнта шуму симетричного автодина від ВЧ напруги на контурі  $E$  і його добротності  $Q$  представлена на рис. 1.11 [25].

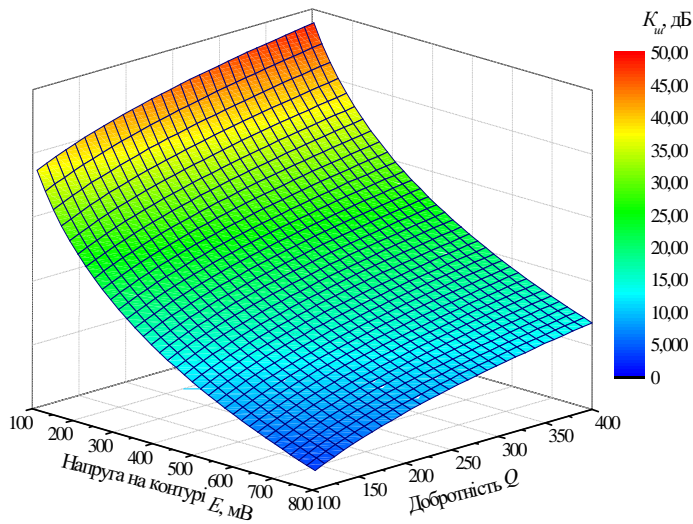


Рис. 1.11. Залежність коефіцієнта шуму симетричного автодина від рівня ВЧ напруги на контурі та добротності контуру

Еквівалентні схеми, зображені на рис. 1.6 та рис. 1.7, є дещо ідеалізованими, оскільки в них не враховано вплив паразитних джерел шумових завад. У більшості випадків, власний шум вхідного каскаду значно менший ніж шумові струми від зовнішніх джерел у вхідному колі, до яких належать роз'єми, лінія від котушки та ін.

Аналіз, заснований на використанні приведених схем, можна в певній мірі дещо спростити, нехтуючи високочастотними ефектами в еквівалентних схемах польових транзисторів. В аналізі враховано вхідні ємності  $C_{зв}$  і  $C_{зс}$  застосованих польових транзисторів, оскільки вони істотно впливають на шумовий струм підсилювача. При проведенні розрахунків автори нехтували впливом сторонніх синфазних перешкод і шумів, поскільки в цьому випадку для отримання точних виразів необхідний глибший аналіз.

З розглянутих залежностей випливає, що загальним недоліком обох схем (рис. 1.6 та рис. 1.7) є погіршення шумових характеристик при низьких рівнях напруги генерації (нижче 100 мВ) (рис. 1.11). Проте, із пониженням рівня ВЧ напруги на контурі спостерігається інтенсивне зростання чутливості спінового детектора (рис. 1.9). Саме співвідношення між цими двома чинниками необхідно враховувати при налаштуванні робочих режимів автодина.

На рис. 1.12 зображено електричну принципову схему, що відповідає фізичній моделі макету симетричного автодинного спін-детектора ЯКР

підвищеною завадостійкістю [26], виконаного на польових транзисторах BF245C. Як пороговий генератор застосовано двохтактний витоковий повторювач ВЧ напруги [25].

Особливістю розглянутої схеми є її симетрична будова щодо низькочастотного сигналу. Для високочастотного сигналу – це підсилювач високих частот із додатнім зворотним зв'язком, а для НЧ складової схема на транзисторах *VT1* і *VT2* є, по суті, диференційним підсилювачем. Оскільки транзистор *VT1* своїм витоком навантажено на витік транзистора *VT2*, ввімкненого за схемою із спільним затвором, то на стоці останнього, поряд з високочастотною складовою, ми отримуємо також і низькочастотну складову резонансного сигналу, але протилежної полярності щодо стоку *VT1*. Це дає можливість зберегти симетрію схеми при подальшому підсиленні демодульованого резонансного сигналу. Така будова схеми помітно послаблює шуми і синфазні завади, до яких дуже чутливі подібні схеми, особливо, якщо вони працюють поблизу порогу зриву генерації.

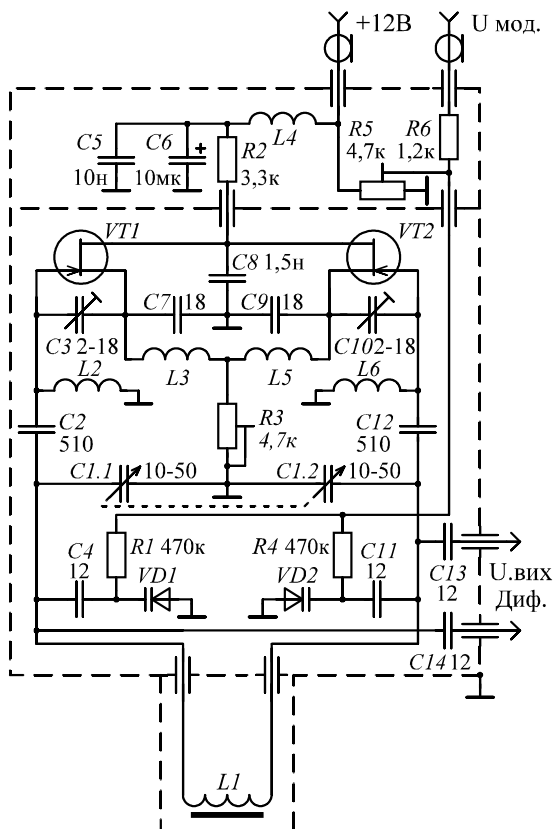


Рис. 1.12. Схема електрична принципова симетричного автодинного спін-детектора:

*VT1*, *VT2* – BF245C,

*VD1*, *VD2* – BB139,

*L1* – високочастотна котушка,

*L2*, *L6* – 16 мкГн,

*L3*, *L5* – 30 мкГн,

*L4* – 160 мкГн

Схема генерує коливання в межах 1 – 150 МГц. Рівень ВЧ напруги, що генерується схемою, знаходиться в діапазоні 10 мВ – 0,5 В. В схему введено варикапи  $VD1$ ,  $VD2$  для розгортки за частотою та реалізації режиму частотної модуляції.

#### 1.4. Модуляційна методика в ЯКР

Для реалізації модуляційного методу спостереження спектральних ліній в ЯКР (рис. 1.13) на несучу частоту  $\omega_0$  накладають додаткову частотну модуляцію  $\omega_m$ . При цьому в спектрометрах широких ліній, для запобігання спотворень форми ліній, частоту модуляції  $\omega_m$  беруть набагато меншою, ніж ширина резонансної лінії. Частота модуляції, як правило, лежить в області низьких частот, і не перевищує 150 – 200 Гц.

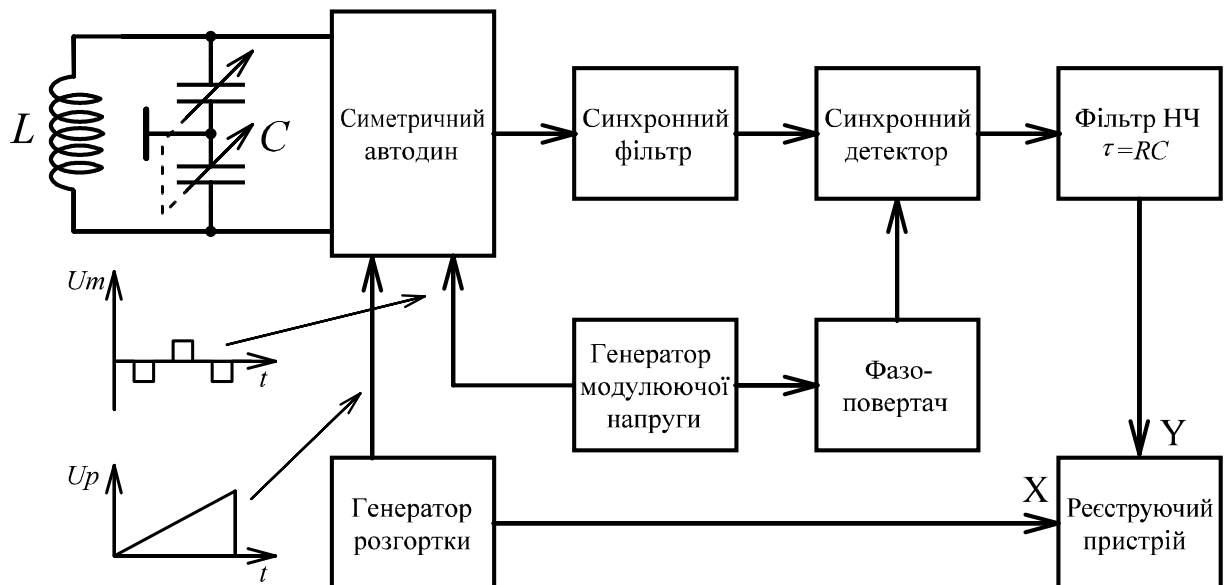


Рис. 1.13. Реалізація методу детектування в режимі розгортки

Зразок у вигляді порошку чи монокристалу розміщують в котушці спіну-детектора з частотною модуляцією. Досліджуване резонансне явище визначає електричний сигнал на виході детектора, пов'язаний певним законом з поляризацією (зміщенням). При модуляції зони резонансу можна спостерігати модуляцію радіочастотної напруги сигналом резонансу. Генератор розгортки дає можливість представити в часі зміщення на варикап

автодинного спін-детектора і зареєструвати сигнал з його виходу, як функцію зміщення. Рівень резонансних сигналів зазвичай малий і детектор вносить істотний шум. Тому тут застосовується синхронне детектування.

Поява періодичного сигналу на виході спін-детектора при проходженні резонансної лінії ілюструється на рис. 1.14. Оскільки, характеристика форми лінії є нелінійною функцією, то вихідна напруга не є чисто гармонічним коливанням. До складу такої змінної напруги входять частотні складові, кратні до частоти модуляції  $\omega_m$ . Це дозволяє проводити детектування огинаючої лінії за першою, другою і  $N$ -ю гармонічною складовою. Так можна виділити на виході синхронного детектора першу, другу і  $N$ -у похідну функцію, відповідно. Номер похідної визначається вибором частоти опорної напруги, яка керує синхронним детектором.

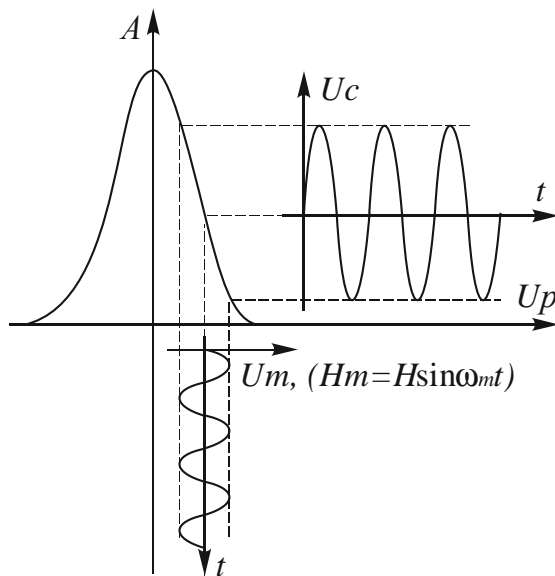


Рис. 1.14. Ілюстрація методу диференційного проходження резонансної лінії

При аналізі фізичного явища, сигнал, що поступає на детектор, матиме змінну амплітуду і частоту, що незначно відрізняється від несучої  $\nu_0$  через розгортку. Розглянемо фізичне явище, що дає на детекторі сигнал  $\mu(p)$ , як функцію зміщення  $p$  (рис. 1.15,а). Розгортка є періодичною з періодом повторення більшим, ніж тривалість явища (рис. 1.15,б), тому при розкладанні функції  $g(t)$  у ряд Фур'є враховують швидкість розгортки. Чим довший час розгортки, тим більше підсилення можна отримати.

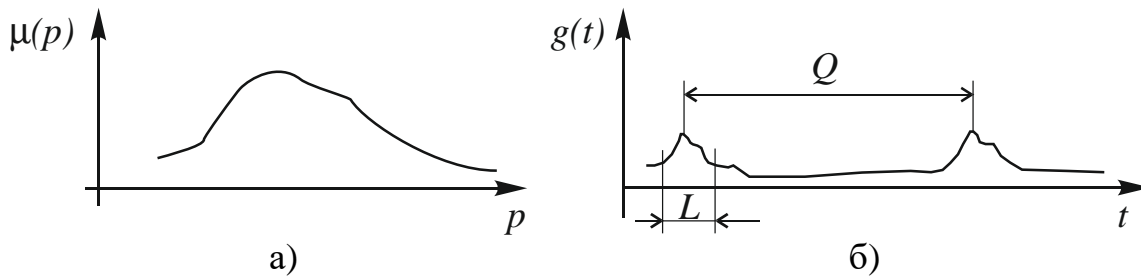


Рис. 1.15. Функція зміщення  $\mu(p)$  (а), сигнал в режимі розгортки (б)

Застосування методу швидкого сканування з неперервним усередненням для покращення співвідношення сигнал/шум у радіоспектроскопії ЯКР (ЯМР) дозволяє різко зменшити час реєстрації резонансних спектрів. Як показано в [27, 28] вииграш у часі тим більший, чим скоріше спектральний розподіл шуму відрізняється від «білого» і підкоряється закону  $1/f$ . Більш того, вииграш також спостерігається при скануванні широких ліній, тобто якщо враховувати широкосмуговість каналу підсилення для збереження інформації про особливості форми резонансного спектру. Ця особливість була доведена у роботі [29]. При широкому смузі пропускання скорочується час сканування спектру і за певний відрізок часу можна зробити якомога більше реалізацій та, відповідно, цифрових накопичень резонансних ліній.

Для перевірки виконання закону  $\sqrt{n}$  були проведені експериментальні та теоретичні дослідження співвідношення сигнал/шум при різних значеннях  $n$ . Початкове значення відношення сигнал/шум задавалось  $S/N = 1$  при  $k=1$ . При визначенні співвідношення сигнал/шум використовувався графічний метод. Середнє значення корисного сигналу  $S$  знаходилось за 15-ма точками на графіку зашумленого сигналу при заданій кількості квадрат значень  $N_i$ . Потім розраховувалось відношення  $S/N$  при даній кількості розгортки  $n$ . Значення  $S$  та  $N$  визначалися у відносних одиницях.

На рис. 1.16 наведено графік залежності сигнал/шум від кількості розгортки  $n$  при лінійному усередненні сигналу. Відхил експериментальної залежності від теоретичної слід зв'язати з відмінністю спектрального розподілу реального шуму від білого із-за присутності шумів типу  $1/f$ .

В результаті усереднення за лінійним алгоритмом отримано наступні дані:

$$\frac{S}{N} = \frac{3}{1} = 3 \text{ при } n = 10, \sqrt{n} = 3,16; \quad \frac{S}{N} = \frac{45}{5} = 9 \text{ при } n = 150, \sqrt{n} = 12,25;$$

$$\frac{S}{N} = \frac{14}{1,8} = 7,78 \text{ при } n = 50, \sqrt{n} = 7,07; \quad \frac{S}{N} = \frac{60}{5} = 12 \text{ при } n = 200, \sqrt{n} = 14,14;$$

$$\frac{S}{N} = \frac{30}{4} = 7,5 \text{ при } n = 100, \sqrt{n} = 10; \quad \frac{S}{N} = \frac{80}{5,5} = 14,5 \text{ при } n = 250, \sqrt{n} = 15,81.$$

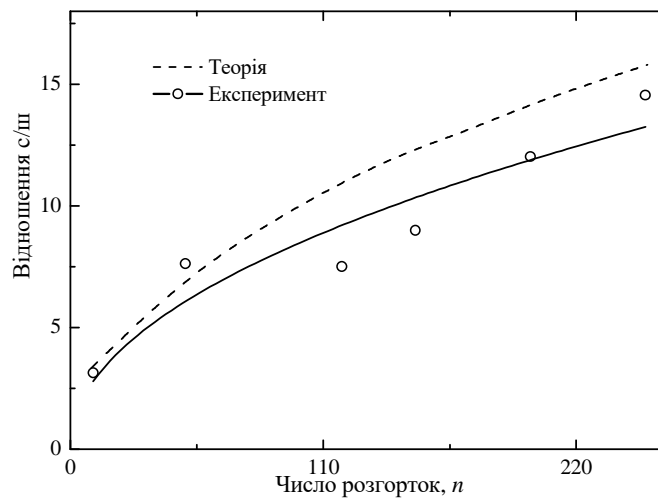


Рис. 1.16. Графік залежності відношення С/Ш від кількості розгортки сигналу  $n$  при лінійному усередненні сигналу

Швидке сканування частоти в ЯКР, особливо при використанні автодинних давачів викликає певні труднощі. Це обумовлено сильною амплітудної модуляцією, що виникає при скануванні частоти. Паразитна завада при слабких сигналах утруднює спроби застосувати частотне сканування для усереднення ЯКР спектрів за допомогою швидкого проходження. Але при добре продуманому конструюванні автодинного давача магнітне поле не створює помітних перешкод на вихідний сигнал, що підтверджується застосуванням модуляції Зеємана.

Використовуючи явище ефекту Зеємана – розщеплення квадрупольних рівнів внаслідок дії магнітного поля можна застосувати цей факт для сканування умов резонансу. Відсутність синхронної завади дозволяє

застосувати великі швидкості сканування і, відповідно, здійснити багато реалізацій спектру за певний проміжок часу.

Недоліком методу швидкого сканування з неперервним усередненням є наявність спотворень форми резонансної лінії унаслідок впливу на її форму модулюючого магнітного поля, тому такий спосіб спостереження ЯКР зручний для пошуку спектрів невідомих речовин. Тут більш вагомим фактором є суттєва економія часу при збереженні сприйнятливого співвідношення сигнал/шум. Співставлення методів ілюструє рис. 1.17. Форма сигналу на рис. 1.17,б відображає два дзеркально розташованих сигнали спектру зображеного на рис. 1.17,а, що відбувається унаслідок симетричного розщеплення квадрупольних рівнів магнітним полем.

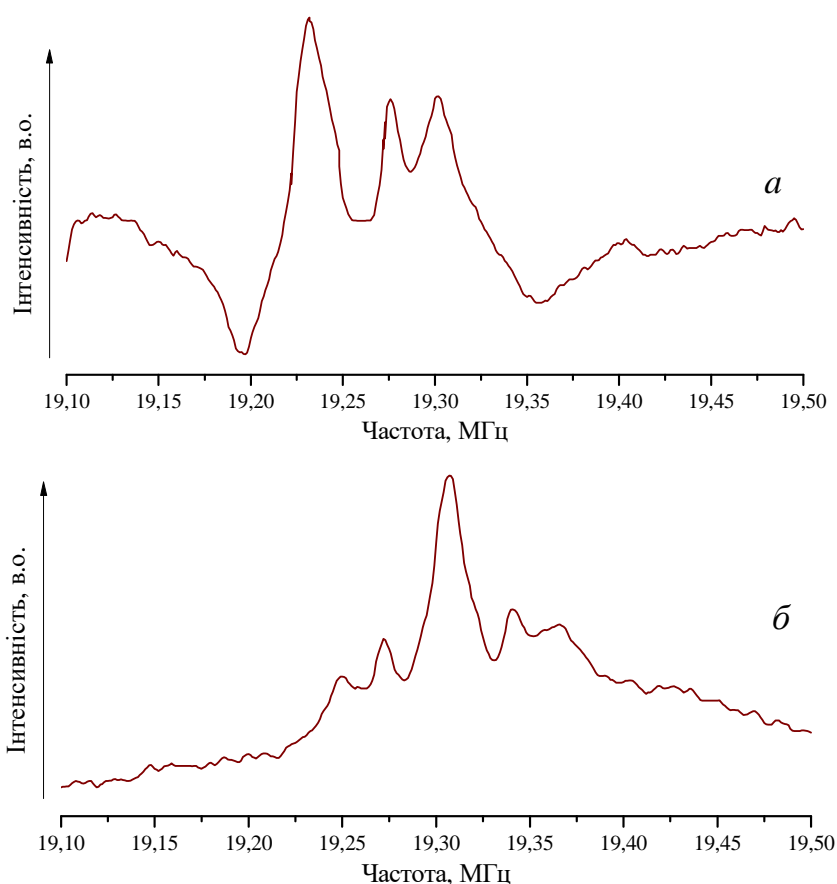


Рис. 1.17. Співставлення методів: повільне сканування спектру ЯКР за допомогою модуляції Зеємана імпульсами біполярної форми з частотою 73 Гц (час реєстрації 7 хв) – (а); швидке сканування магнітним полем тієї ж частотної ділянки (час реєстрації 50 с) – (б). Частота резонансу 19,312 МГц.



## 1.5. Теоретичні основи імпульсного методу спостереження ЯКР

Традиційні стаціонарні методи спостереження ЯМР і ЯКР в даний час майже повністю витіснені імпульсною Фур'є-спектроскопією. Імпульсні методи спостереження ЯКР широко застосовуються для вирішення різних завдань фізики твердого тіла.

При імпульсному методі дослідження ЯКР крім спектральних характеристик додаткову інформацію отримують з результатів вимірювання часів релаксації  $T_2$ ,  $T_1$ , які є результатом взаємодії всередині спінової системи (цей процес характеризується часом поперечної релаксації  $T_2$ ) та з іншими ступенями свободи в ґратці (це час спин-ґраткової релаксації  $T_1$ ). Ці параметри характеризують динаміку ґратки та спінів. За допомогою стаціонарних методів дуже рідко вдається визначити справжній час  $T_2$  [5, 6].

Імпульсний метод ЯКР полягає у спостереженні відгуку системи ядерних спінів (сигнали індукції або луни) на короткий та потужний радіочастотний імпульс чи серію імпульсів. Радіочастотний імпульс спричиняє прецесію вектора ядерного намагнічування, яка зникає через час  $T_2^* = 1/\delta$  ( $\delta$  – ширина лінії поглинання). Це дозволяє скоротити час спостереження багатокomпонентного спектру у порівнянні зі стаціонарним методом, резонансний спектр в якому реєструється неперервним проходженням частоти при малій потужності генератора збудження [4, 30].

Опромінюючи зразок радіочастотним полем з резонансною частотою  $\omega = \omega_0$  в системі координат, що обертається на вектор магнітного моменту  $\vec{M}$  діє ефективне поле  $\vec{H}_{ef} = \vec{H}_1$ , направлене вздовж осі  $x'$  (рис. 1.18). Тому в цій системі  $\vec{M}$  буде обертатися навколо осі  $x'$  в площині  $Z'OY'$  з кутовою частотою  $\omega_1 = \gamma H_1$ . При ввімкненні поля  $\vec{H}_1$  на короткий проміжок часу  $t_i$  вектор моменту повернеться на кут:

$$\theta = \omega_1 t_i = \gamma H_1 t_i.$$

Тривалість імпульсу необхідно вибрати з умови  $\theta = \omega_1 t_i = \pi / 2$ , тобто

$$t_i = \frac{\pi}{2\gamma H_1}.$$

За такої умови після закінчення дії імпульсу момент буде орієнтований вздовж осі  $y'$ . Такий імпульс називають 90-градусним, або  $\pi/2$ -імпульсом. Після вимкнення  $\vec{H}_1$  магнітний момент буде нерухомим в рухомій системі. В лабораторній системі координат він буде прецесувати з кутовою частотою  $\omega = \gamma H_0$ , зберігаючи орієнтацію перпендикулярно  $\vec{H}_0$ .

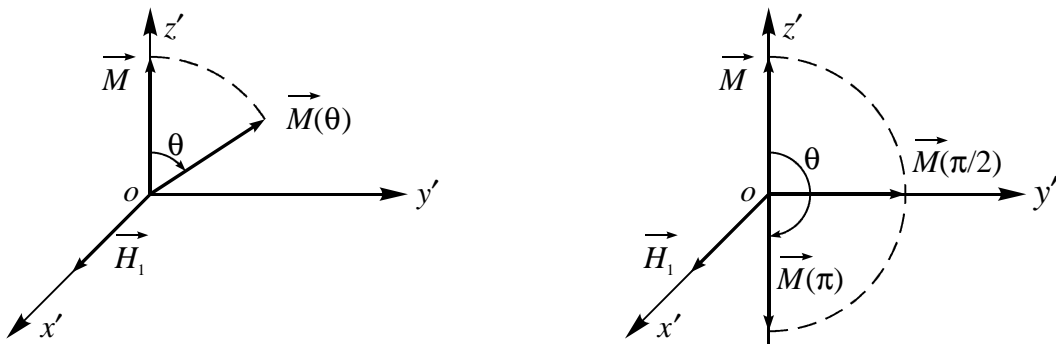


Рис. 1.18. Вплив на зразок радіочастотного поля з частотою  $\omega = \omega_0$

Якщо зразок знаходиться в котушці, вісь якої лежить в площині  $XOY$ , то в результаті прецесії спінів в ній наведеться ЕРС, яку можна спостерігати у вигляді спаду вільної індукції (СВІ). Якщо б усі спіни були незалежними і прецесували з одною частотою, ЕРС залишалась би постійною, але внаслідок взаємодії з оточенням різні спіни мають різні частоти. Розподіл спінів за частотою має форму резонансної лінії. Тому відбувається розфазування спінів в площині  $XOY$  і сигнал спадає до нуля. Даний процес може бути описаний експоненціальною залежністю:

$$M_1 = M_0 e^{-t/T_2}.$$

Якщо записати СВІ і застосувати Фур'є-перетворення функції спаду:

$$J(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} G(t) e^{-i\omega t} dt,$$

отримаємо спектральну лінію ЯКР.

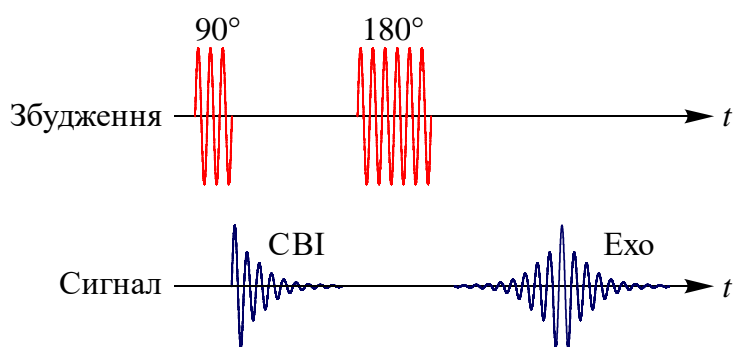


Рис. 1.19. Сигнал ЯКР у вигляді СВІ та спінової луни

Для спостереження спінової луни Хан та автори використали штучне розширення резонансної лінії шляхом створення значної неоднорідності магнітного поля в зразку  $\Delta H_0$ , якій відповідає частотний інтервал  $\Delta\omega = \gamma\Delta H_0$  [6, 31]. Якщо  $1/\gamma\Delta H_0 = T'_2 \ll T_2$ , то спад сигналу буде відбуватись значно швидше у відповідності до виразу  $\exp(-t/T_2^*)$ , оскільки він буде визначатись ефективним часом релаксації  $T_2^* \ll T_2$ :

$$\frac{1}{T_2^*} = \frac{1}{T_2} + \frac{1}{T'_2} = \frac{1}{T_2} + \gamma\Delta H_0.$$

Розглянемо процес утворення спінової луни. Після дії  $\pi/2$ -імпульсу сумарний вектор  $\vec{M}$ , який для кращого розуміння будемо вважати таким, що складається з трьох спінів, направлений вздовж осі  $y'$  рухомої системи координат (рис. 1.20).

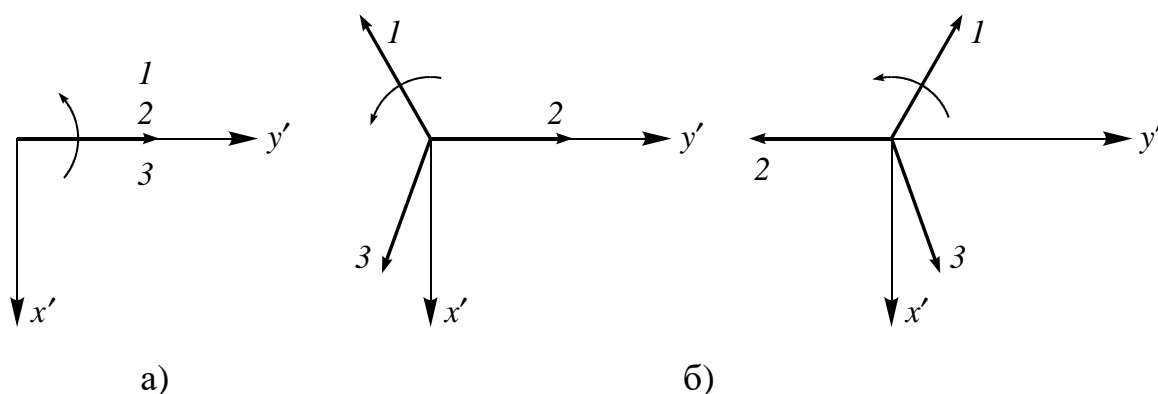


Рис. 1.20. Зміна магнітних моментів спінової системи:  
після дії  $\pi/2$ -імпульсу (а), після дії  $\pi$ -імпульсу (б)

За інтервал часу рівний кільком  $T_2$  пройде розфазування в площині  $XOY$ . Будемо вважати, що спіні «2» прецесує з ларморовою частотою  $\omega_0 = \gamma H_0$ , а спіні «1» і «3» – з частотами  $\omega_1 > \omega_0 > \omega_3$ . Якщо тепер через час  $\tau$  подати  $\pi$ -імпульс, то це призведе до повороту кожного з векторів на  $180^\circ$  навколо осі  $x'$ . В результаті розміщення векторів поміняється на протилежне – попереду виявиться «найповільніший» вектор, а «найшвидший» – ззаду. За такої ситуації вектори знову зфазуються через час  $2\tau$  від початку циклу, при цьому отримуємо сигнал луни (рис. 1.21).

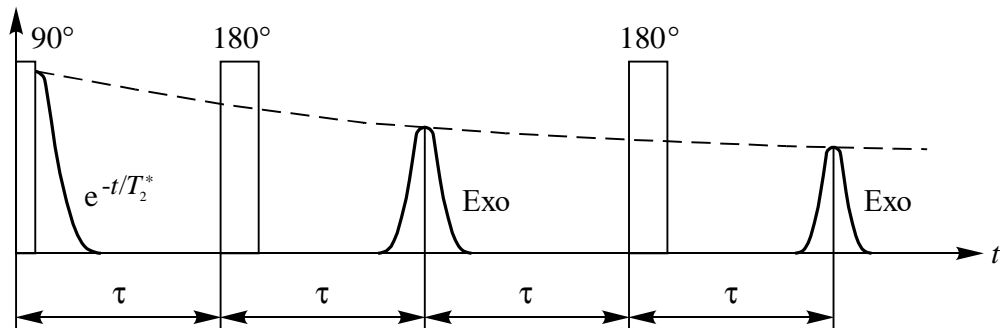


Рис. 1.21. Процес утворення спінової луни

Карр і Парсел запропонували  $\pi$ -імпульси подавати через час  $\tau, 3\tau, 5\tau, \dots, (2n-1)\tau$ , тоді імпульси луни будуть виникати при  $t = 2\tau, 4\tau, \dots, 2n\tau$ . Їх амплітуда буде спадати за експонентою з часом поперечної релаксації  $T_2$ , який можна визначити, як на рис. 1.21.

При спостереженні квадрупольної спінової луни в полікристалічних зразках  $90^\circ$ -м імпульсом зазвичай називають самий короткий імпульс при заданій напрузі високовольтного джерела, коли виходить максимальний спад індукції. Аналогічно  $180^\circ$ -й імпульс дає мінімальний спад індукції. Спостереження сигналів ЯКР у проміжках між імпульсами радіочастотного поля дозволяє уникнути багатьох труднощів, пов'язаних з присутністю радіочастотного поля. Однак, якщо частота повторення імпульсів в імпульсних методах достатньо велика, то спінова система не встигає

поглинати енергію між імпульсами. При цьому інтенсивність сигналу луни падає. Такий ефект називають насиченням.

Аналітичне представлення сигнального рівняння для циклічної спінової послідовності має вигляд [32]:

$$S = k\rho(1 - e^{-T_R/T_2})e^{-T_E/T_2},$$

де  $S$  – амплітуда сигналу після перетворення Фур'є,  $k$  – коефіцієнт пропорційності,  $\rho$  – густина спінів у досліджуваному зразку,  $T_R$  – час повторення послідовності,  $T_E$  – тривалість спінової луни.

Принципи побудови установок для спостереження спінової луни в магнітному та квадрупольному резонансах розрізняються мало. Оскільки в ЯКР лінії більш широкі, ніж лінії ЯМР в рідинах, то установка для спостереження квадрупольної спінової луни повинна забезпечувати отримання більш потужних радіочастотних імпульсів. Крім того, для пошуку слабких сигналів квадрупольної луни необхідно мати переналаштовуваний в широкому діапазоні частот приймач. Принцип імпульсного спостереження ЯКР зображений на рис. 1.22.

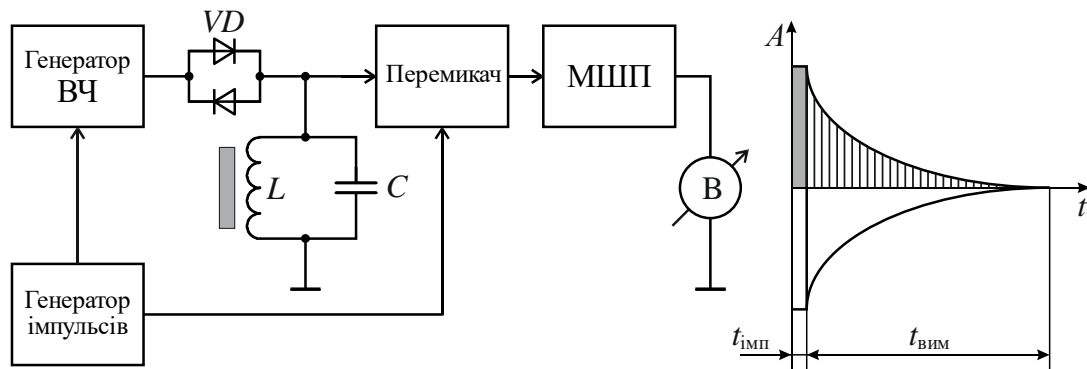


Рис. 1.22. Схема проведення імпульсного експерименту

Для спостереження спінової луни в твердих тілах необхідно виконання умови  $t_{\text{імп}} < T_2$ . В іншому випадку сигнал індукції після дії 1-го імпульсу не встигне згаснути до моменту утворення сигналу луни. При спостереженні останнього від різних ядер доводиться змінювати тривалості імпульсів,

оскільки умова  $90^\circ$ -го імпульсу має вигляд (для  $\eta = 0$ ):

$$\alpha \gamma H_1 t_{\text{імп}} = \pi/2,$$

де  $\alpha = \sqrt{I(I+1) - m(m+1)}$ ,  $I$  – спін ядра,  $m$  – магнітне квантове число для нижнього рівня енергії,  $t_{\text{імп}}$  – тривалість імпульсу. Якщо  $I = 3/2$ , то  $a = \sqrt{3}$ ; якщо  $I = 5/2$ , то  $a = 2\sqrt{2}$ . Зазвичай при спостереженні спінової луни в твердих тілах беруть  $t_{\text{імп}} \sim 1 - 4$  мкс, причому амплітуда радіочастотного імпульсу досягає декількох кіловольт. «Мертвий» час приймача після дії потужного імпульсу на його вхід не повинен бути більшим 3 – 5 мкс. Теоретичні основи імпульсних методів радіоспектроскопії приведені в роботах [6, 30, 33, 34].

Зазвичай для з'ясування картини явища вважають, що вісь котушки з радіочастотним полем орієнтована паралельно вісі  $x$  тензора градієнта електричного поля. У реальних умовах вісь котушки орієнтується довільним чином відносно головних осей тензора градієнта електричного поля. Тоді ефективним радіочастотним полем вздовж осі  $x$  буде:

$$H_x = H_1 \sin \theta \cos \varphi,$$

де  $\theta$  – кут між напрямком  $H_1$  і віссю  $z$ ,  $\varphi$  – азимутний кут.

Відповідно компонента радіочастотного поля вздовж осі  $y$  рівна:

$$H_y = H_1 \sin \theta \sin \varphi.$$

Ці дві компоненти збуджують переходи між рівнями ЯКР. Тому у формули для умов  $90^\circ$ -х імпульсів увійдуть в загальному випадку кути  $\theta$  і  $\varphi$ . Якщо зразок береться у вигляді порошку, ці фактори слід усереднити по сфері одиничного радіусу.

Співставлення чутливості Фур'є-експерименту і експерименту повільного проходження, отримане з аналізу стаціонарного та імпульсного методів, має вигляд [35]:

$$\frac{(S/N)_{FTT}}{(S/N)_{ST}} = \left[ \frac{3\sqrt{3}}{2\pi} \right]^{1/2} \left[ 1 - \exp(-2t^{\text{max}}/T_2) \right]^{1/2} \left[ \frac{\Omega_{\text{повн}}}{\Delta\omega} \right]^{1/2} G(T/T_1),$$

де  $\Delta\omega = 2/T_2$  – повна ширина на піввисоті досліджуваної резонансної лінії.

При отриманні цього виразу передбачалося, що в експерименті повільного проходження в модуляційній схемі застосовується детектування на бічних смугах, а в Фур'є-експерименті – квадратурне детектування. В обох випадках використовується узгоджена фільтрація.

Відношення  $\Omega_{повн}/\Delta\omega$  являє собою число спектральних елементів у спектрі. Саме ця обставина, головним чином, є вирішальною в перевазі методу детектування резонансного сигналу. Таким чином, в Фур'є-спектроскопії вираш чутливості пропорційний кореню квадратному з числа спектральних елементів. Це можна зрозуміти, порівнюючи Фур'є-експеримент, в якому всі резонанси збуджуються одночасно, з (гіпотетичним) багатоканальним експериментом повільного проходження з  $\Omega_{повн}/\Delta\omega$  незалежними каналами. Ясно, що вираш у чутливості буде особливо помітний для спектрів з вузькими лініями, що перекривають широку спектральну область. Останнє є типовим для ЯКР в шаруватих кристалах – моноселенідах галію та індію, де мультиплетні спектри займають частотну область до 200 кГц.

Найбільш детально аналіз стаціонарного та імпульсного методів ЯМР-спектроскопії проведений Ернстом та авторами в роботі [36]. Тут приймається той факт, що стаціонарний метод можна віднести до лінійних систем, які допускають простий математичний опис і властивості яких можна зрозуміти в якійсь мірі інтуїтивно. Самий простий спосіб реєстрації спектру або передавальної функції полягає в тому, що на вхід системи подають монохроматичний сигнал і вимірюють комплексну амплітуду відгуку. Тривалі за часом вимірювання дозволяють визначити повну спектральну функцію. На практиці для зняття неперервного спектру застосовується повільна розгортка за частотою. Цей метод ми називаємо методом повільного проходження, а сам спектр – стаціонарним. Широкому застосуванню стаціонарної спектроскопії ЯКР (ЯМР) серйозно перешкоджає притаманна їй низька чутливість, яка зумовлена надзвичайно малою енергією квантів ( $\sim 10^{-25}$  Дж) ЯМР-переходів. Крім того, стаціонарна спектроскопія ЯМР

абсолютно неефективна з точки зору часу експерименту, так як методи послідовного вимірювання дають малий потік інформації.

В роботі [35] на основі зіставлення резонансних спектрів ЯКР, що отримані стаціонарним та імпульсним методами зроблені висновки про доцільність їх застосування при дослідженні матеріалів, резонансні спектри яких є складними і займають широкий частотний діапазон.

Із зіставлення збільшених за масштабом фрагментів ліній  $^{14}\text{N}$ , отриманих імпульсним та неперервним методами ЯКР (рис. 1.23,а,б) випливає, що має місце розщеплення лінії (рис. 1.23,а) обумовлене наявністю нееквівалентних груп азоту в молекулі гексаметилентетраміну  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ , що спостерігалось авторами роботи [35]. Зауважимо, що час реєстрації лінії, отриманої імпульсним методом склав менше 1 хв. Для досягнення такого ж співвідношення сигнал / шум при реєстрації лінії методом неперервного проходження значення часу реєстрації перевищило 10 хв.

Отже, у порівнянні з методом неперервного сканування частоти, імпульсна Фур'є-спектроскопія має переваги, що полягають в більш високій чутливості, підвищеній роздільній здатності спектру, значно меншими спотвореннями форми ліній, суттєвому скороченню часу спостереження, а також у можливості швидкого і точного вимірювання часів релаксації.

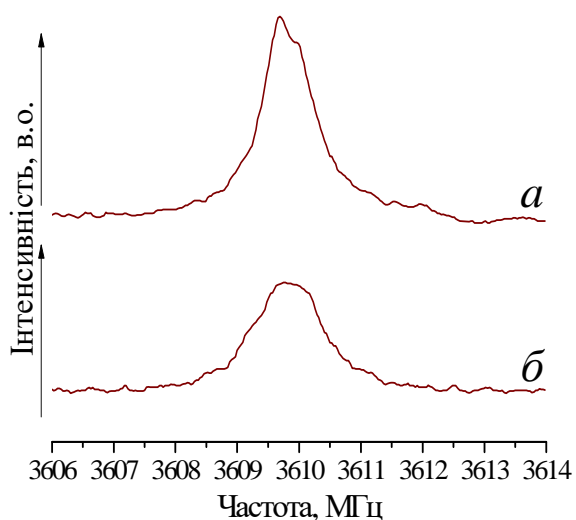


Рис. 1.23. Лінії ЯКР  $^{14}\text{N}$  у спектрах  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ , отриманих: імпульсним методом (а) і методом неперервного проходження з модуляцією Зеємана (б).



## 1.6. Перспективні напрями розвитку радіоспектроскопії

На сучасному етапі розвитку імпульсної радіоспектроскопії представлено значну кількість наукових і експериментальних розробок. Наукові праці охоплюють широкий сегмент резонансної спектроскопії: розроблення експериментальних методів спостереження ЯКР [37-45]; розвиток апаратно-програмних засобів цифрового оброблення сигналів СВІ в реальному часі [46-51]; дослідження внутрішньомолекулярної структури та фізико-хімічних властивостей речовин, розроблення ЯКР детекторів вибухівки та наркотичних речовин, ЯМР-томографія та ін. [52-58]. В табл. 1.3 наведено найбільш вагомі досягнення в розробленні методів радіоспектроскопії [53, 59-67].

Таблиця 1.3.

### Головні результати досліджень в галузі радіоспектроскопії

Автори	Суть розробок	Період
Дж. Хардінг, Р. Маріно, С. Клаінер	Початковий етап в розвитку експериментальних засобів імпульсної спектроскопії ЯКР.	1979-1982 рр.
Р. Маріно	Запропоновано методи імпульсних послідовностей спіні-локінг-ехо (SLSE) та сильних нерезонансних імпульсів (SORC) для накопичення сигналу ЯКР	Кінець 1970-х рр.
Р. Блінк, Дж. Смітт, Д. Едмондс	Застосування методу подвійного резонансу для детектування спектрів ЯКР.	1975-1980 рр.
Р. Ернс, Г. Боденхаузен, А. Вокаун	Розроблення теорії та принципів ЯМР в одному та двох вимірах. Початок розвитку апаратних методів двомірної спектроскопії ЯМР.	1970-1987 рр.
В. С. Гречішкін	Успішно розвивається напрям з виявлення вибухівки методом ЯКР. Вперше виявлено ЯКР в мінах і створений перший в світі квадрупольний міношукач.	1980-1992 рр.
А. Гарровей	Початок роботи над створенням ЯКР-сканера великих об'ємів для контролю багажу, що вимагає створення 90°-х імпульсів потужністю в сотні кіловат.	Початок 1990-х рр.
Г. Романі, Дж. Кларк, Я. Грінберг	Розвиток теорії і практики SQUID технологій. Реєстрація вибухових та наркотичних речовин з допомогою SQUID-детекторів.	1982-1998 рр.
Сюй-Чен-Дун, Сіан	Вивчення ЯКР в гексогені. Якщо гексоген розмістити в пластмасовому корпусі, то металопрошукачі та радіохвильовий метод виявляються не ефективними.	1995-1997 рр.
П. Лаутербур, П. Менсфілд	Нобелівська премія за винахід ЯМР-томографії. Менсфілд показав, як радіосигнал, отриманий від детектора, може бути інтерпретований в зображення.	2003 р.

На рис. 1.24 показана блок-схема системи виявлення ЯКР, запропонованої Сміттом в роботі [55]. Генератор **1** формує ВЧ сигнал малої потужності з необхідною для збудження резонансу частотою. Блок **2** являє собою амплітудно-фазовий модулятор. Блок **3** слугує для формування радіоімпульсів, він працює за принципом швидкодіючого ключа, керованого послідовністю відео імпульсів, що поступають з модулятора **2**. Централізоване керування блоками **2** і **3** здійснюється з персонального комп'ютера **4**. Підсилювач потужності ВЧ **5** реалізований на базі схемотехніки класу АВ. Пристрій блокування D1 функціонує як однопозиційний перемикач, що забезпечує низький імпеданс для сигналу збудження і високий імпеданс шумам, створюваним підсилювачем потужності. Блок **6** являє собою ЯКР-зонд, який має можливість переналаштовування для узгодження з підсилювачем **5**. Блок **7** слугує для індикації налаштування. Ключ D2 забезпечує захист приймального каналу при дії імпульсів збудження високої потужності. Приймач і детектор (блок **8**) складається з попереднього підсилювача і демодулятора для перетворення сигналу в смугу НЧ. З виходу **8** сигнал поступає в персональний комп'ютер (ПК) для подальшого оброблення. Блок **9** слугує для оповіщення про хід експерименту і виникнення нештатних ситуацій.

З розглянутого прикладу можна виявити деякі обмеження традиційних рішень імпульсної ЯКР спектроскопії:

Схемотехніка підсилювача потужності ВЧ унеможлиблює його використання в портативних додатках, оскільки він є активним протягом всього періоду експерименту і має низьку енергетичну ефективність. Крім того, він вносить додаткові шуми в секцію ЯКР зонда.

Система мультиплексування сигналів, побудована на D1 і D2 утруднює калібрування при переналаштуванні. Для різних частот ЯКР довжина лінії передачі D2 повинна бути різною, щоб відповідати умові  $\lambda/4$ .

Застосування ПК може впевнено забезпечити потужний потенціал

обчислень і універсальність перепрограмування. Проте, споживання енергії і значні габарити також перешкоджають мобільності спектрометра.

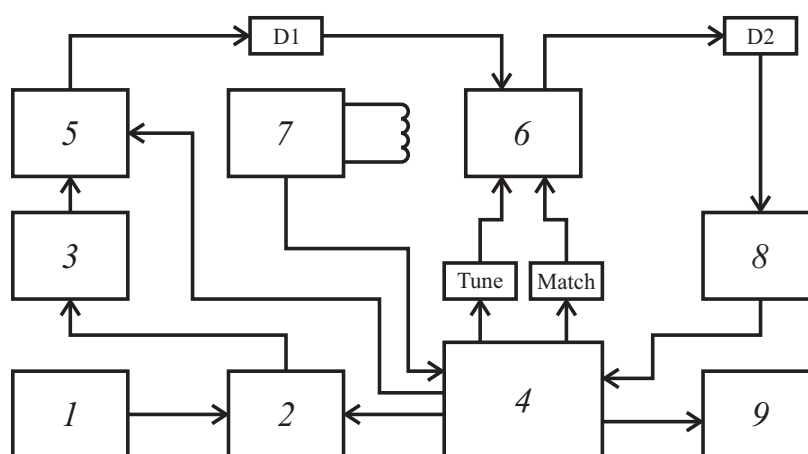


Рис. 1.24. Блок-схема імпульсного спектрометра ЯКР, запропонована в [55]:

1 – генератор ВЧ, 2 – модулятор, 3 – ключ, 4 – ПК, 5 – передавач, 6 – ЯКР-зонд, 7 – індикатор налаштування, 8 – приймач, 9 – блок оповіщення.

Більш сучасні ЯКР спектрометри мають когерентний пристрій, тобто фази високочастотних імпульсів строго фіксуються відповідно до завдань експерименту [68]. Отже, в спектрометрах такого типу можна застосовувати синхронне детектування сигналу. У імпульсній апаратурі, призначеній для пошуку невідомих сигналів ЯКР, необхідно зберігати постійними фазові співвідношення між сигналами спінової системи і опорним сигналом на будь-якій частоті робочого діапазону спектрометра. Опорний сигнал може подаватись безпосередньо на вхід приймального пристрою, що взаємно компенсує фазові зсуви, що виникають в ньому. Тому основним джерелом фазових спотворень є передавальний тракт. Для зведення їх до мінімуму необхідно зменшити число каскадів в цьому тракті і зробити їх широкосмуговими. Для зменшення просочування коливань в контур зі зразком в інтервалах між імпульсами вигідно використовувати генератор, що працює на гармоніках основної частоти, з малим коефіцієнтом нелінійних спотворень. Єдиним високодобротним контуром в передавальному тракті є вихідний контур із зразком, так як зниження його добротності призводить до

різкого зменшення інтенсивності сигналу. Тому більш зручним є використання компенсації фазових спотворень. Якщо подати сигнал опорної напруги через коливальний контур вихідного каскаду, то його фазові спотворення будуть однаковими з фазовими спотвореннями сигналу.

Блок-схема імпульсного когерентного спектрометра показана на рис. 1.25 [68]. Генератор частоти **1** працює в безперервному режимі. Напруга з його виходу надходить на стробований підсилювач **2** і на помножувач частоти опорної напруги **3**. Послідовність відео імпульсів, що надходить на вхід стробованого підсилювача перетворюється ним у відповідну послідовність радіоімпульсів, яка подається на імпульсний помножувач частоти. Потім радіоімпульси підсилюються у вихідному каскаді, навантаженням якого є коливальний контур із зразком **4**. Сигнал опорної напруги, необхідний для синхронного детектора, з виходу помножувача частоти через подільник і буферний підсилювач **5**, надходить на коливальний контур. Сигнали відгуку спінової системи і опорної напруги підсилюються в широкосмуговому приймачі **6** і подаються на синхронний детектор **7**. До виходу детектора приєднаний низькочастотний фільтр **8** з регульованою смугою пропускання. Сигнали луни або індукції з виходу фільтра низьких частот надходять на осцилограф або накопичувач **9**.

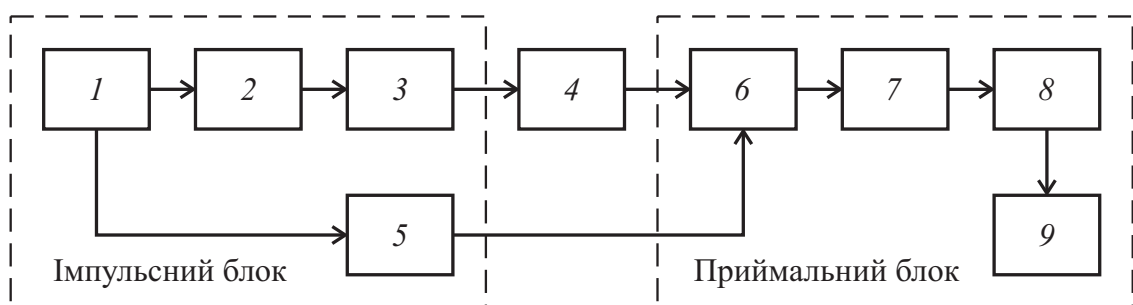


Рис. 1.25. Спрощена структура когерентного спектрометра ЯКР [68]:

- 1* – генератор частот, *2* – стробований підсилювач, *3* – помножувач частоти,  
*4* – вихідний каскад передавача, *5* – буферний підсилювач,  
*6* – широкосмуговий приймач, *7* – синхронний детектор, *8* – НЧ фільтр,  
*9* – схема реєстрації сигналу.

Описана схема є універсальною і може бути використана також і для релаксаційних досліджень. В цьому випадку необхідно експериментально виміряти закон відновлення енергетичних рівнів, що вимагає проведення точних амплітудних вимірів при малих величинах сигналів (сигнал/шум  $< 1$ ) і великих періодах повторення імпульсів зондування. Звичайні ємнісні накопичувачі мають нелінійні характеристики і малоприсади для амплітудних вимірів. Тому при релаксаційних дослідженнях використовуються лінійні багатоканальні накопичувачі. Крім того, в цьому випадку бажано замінити внутрішній генератор частот на зовнішній синтезатор частот.

При дослідженні органічних речовин, в тому числі із вмістом азоту, інтенсивність резонансних сигналів є надто слабкою і пряме імпульсне детектування практично неможливе. Особливо це відчувається при проведенні досліджень в області кімнатних температур [57]. Проблема додатково утруднюється низькими частотами ЯКР, які, частіше всього, складають сотні кілогерц. Це приводить до дуже малої енергії квантових переходів між відповідними квадрупольними рівнями  $E_Q = \hbar\nu$ .

Хоча прямі імпульсні методи [33, 45] дають можливість збільшити співвідношення сигнал/шум на виході спектрометра, яке залежить, головним чином, від якості вхідного пристрою, але цього недостатньо для надійної ідентифікації введених, або неконтрольованих домішок. Збільшення потужності радіочастотних імпульсів до 1 кВт і більше для котушок з малим об'ємом ( $d=20$  мм) стає небезпечним через можливість електричних пробоїв в коливальному контурі і нагрів зразка. Іншою проблемою при цьому є трудність у нейтралізації приймального тракту під час дії потужного радіочастотного імпульсу [45].

Застосування комбінованих методів радіоспектроскопії дозволяють суттєво збільшити чутливість експерименту для впевненого детектування резонансу в малих об'ємах досліджуваних речовинах. Наприклад, за допомогою подвійного резонансу ЯКР-ЯМР можна виявляти небезпечні

матеріали, зокрема, резонансні сигнали ізотопу  $^{14}\text{N}$  в твердих речовинах (наркотичні та вибухові речовини в неметалевих контейнерах) [58].

Метод подвійного ядерного квадрупольного резонансу (ПЯКР) використовується в тому випадку, якщо чутливість прямих методів ЯКР виявляється недостатньою внаслідок розташування резонансних ліній поглинання в області низьких частот ( $<1$  МГц) або малої концентрації квадрупольних ядер у сполуці [54]. Найкращим способом перевірки методу ПЯКР є детектування азоту. Це обумовлено тим, що низька частота резонансу азоту потребує невеликих магнітних полів, які не «розвалюють» квадрупольні переходи. Всі різновиди подвійного резонансу припускають наявність в зразку двох різних підсистем спинів, зв'язаних між собою диполь-дипольними взаємодіями: підсистеми спинів  $A$  (з сильним сигналом ядерного резонансу, частіше це протонний сигнал від  $^1\text{H}$ ) і підсистеми  $B$  (досліджуваних квадрупольних ядер). Слабкий сигнал ядер  $B$  спостерігають побічно за зміною резонансного сигналу спинів  $A$ . Різноманітні методики ПЯКР відрізняються, головним чином, умовами, в яких протікає енергетичний обмін між підсистемами  $A$  та  $B$ . Виходячи з цього розрізняють:

- ПЯКР в сильному магнітному полі (обертова система координат);
- ПЯКР в нульовому магнітному полі (лабораторна система координат);
- ПЯКР в слабкому магнітному полі.

ПЯКР в слабкому магнітному полі є самим універсальним методом, оскільки дозволяє з високою ефективністю досліджувати як напівцілі, так і цілочисельні спіни в полікристалічних зразках [57, 68].

Для підвищення чутливості детектування сигналів ЯКР від  $\text{NO}_2$  - груп вибухових речовин успішно застосовується методика крос-релаксаційної спектроскопії [6, 57]. Цей метод, правда, приводить до розширення лінії ЯКР азоту за рахунок присутності магнітного поля, а також до підвищення гармонік основної частоти. Проте для вирішення задачі виявлення речовин, що містять  $\text{NO}_2$  - групи, останнє не створює серйозних перешкод. Перевагою методу подвійного резонансу з крос-релаксацією є можливість роботи при кімнатній температурі та без вживання радіочастотного опромінювання

квадрупольної системи. Крос-релаксаційна лінія спектру ЯКР реєструється повільною зміною слабого магнітного поля.

При використанні методів ПЯКР особливе значення має зниження «мертвого часу» імпульсного спектрометра. Оскільки у даному випадку детектується відгук ядерної індукції за сигналами ЯМР протонів, втрата часу на прийом приводить також до втрат корисної інформації про ЯКР ядер азоту. Така втрата особливо відчутна при методі крос-релаксації.

Структура експериментальної установки для реалізації ПЯКР з крос-релаксацією (рис. 1.26) містить імпульсний ЯМР спектрометр на протонах з робочою частотою 2,5 МГц. Числові значення робочої частоти і напруженості магнітного поля можна задавати дискретно для підгонки умов резонансу ЯМР і ЯКР. Магнітне поле напруженістю до 800 Гс створюється електромагнітною системою. Розглянутий спектрометр може бути використаний для контролю закладок речовин в поштових відправленнях (бандеролях, посылках) і в багажі. Вважається, що дослідження на наявність інтеркалюючої домішки можна реєструвати у зразках з об'ємом від 1 до 10 г.

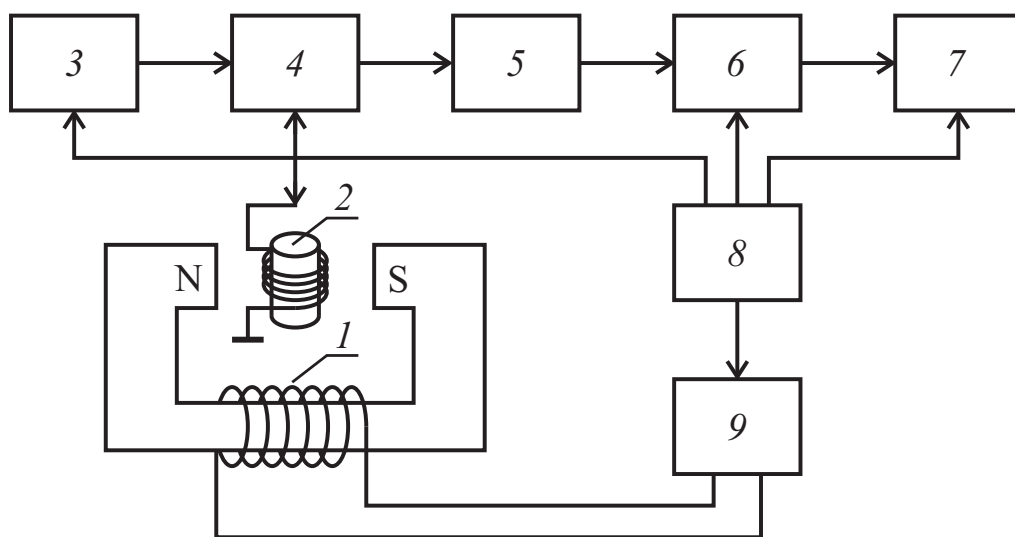


Рис. 1.26. Спрощена структура спектрометра ПЯКР [57]: 1 – котушка модуляції; 2 – приймальна котушка зі зразком; 3 – передавач; 4 – схема комутації; 5 – приймач; 6 – фазовий детектор; 7 – індикатор; 8 – програматор імпульсних послідовностей; 9 – блок керування магнітним полем.

В роботі [52] вперше було відзначено, що двочастотні методи (2М-ЯКР), засновані на ЯКР, еквівалентні двовимірному частотному експерименту ЯМР. При цьому недиагональні сигнали двовимірного спектра, що вказують на наявність переносу намагніченості між різними станами, еквівалентні додатковим сигналам двочастотної квадрупольної луни. Чутливість 2М-експериментів не може перевищувати чутливість 1М-експериментів, однак інформативність двомірного експерименту набагато вища (рис. 1.27). Приклад двомірного спектру ЯКР представлений на рис. 1.28.

В останні роки зроблено новий важливий крок, який привів до розширення сфери застосувань імпульсних резонансних досліджень в області медицини [67]. Йдеться про можливість візуалізації розподілу ЯМР-параметрів у зразку. У сучасній літературі цей метод називається магнітно-резонансна томографія [68, 69].

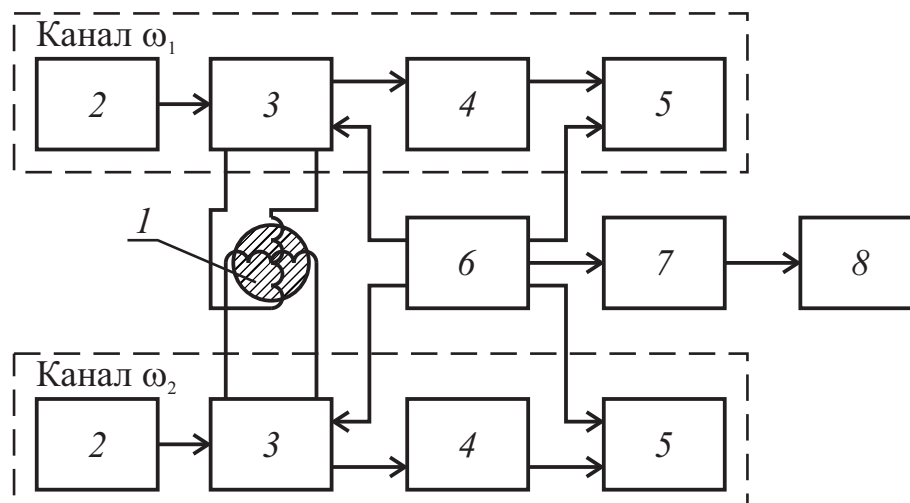


Рис. 1.27. Блок-схема двомірного двочастотного ЯКР-спектрометра [54]:

1 – приймальні котушки зі зразком, 2 – генератор ВЧ, 3 – приймально-передавальний тракт, 4 – синхронний детектор, 5 – АЦП, 6 – програматор імпульсних послідовностей, 7 – послідовний інтерфейс, 8 – ПК.

Сучасний етап розвитку інтегральної схемотехніки та поява новітньої компонентної бази уможливили розроблення компактних радіоелектронних



пристроїв, у тому числі портативних спектрометрів [70-77]. Застосування програмованих логікових інтегральних схем (ПЛІС) дозволяє реалізувати алгоритми оброблення інформаційних перетворень (генерація опорних частот, накопичення та усереднення сигналів СВІ, перетворення Фур'є з метою візуалізації спектрів ЯКР) в однокристальному виконанні [71-74]. В роботі [75] представлено розроблення одноплатного ЯМР-спектрометра на основі цифрового приймального тракту. Варіант реалізації чутливого детектора сигналів ЯКР описаний в [76]. В роботі [77] автори наводять блок-схему та експериментальні випробування ЯКР спектрометра з малими масо-габаритними параметрами. Не меншої уваги заслуговує впровадження спеціальних багатоімпульсних методик в радіоспектроскопічні дослідження [78-83].

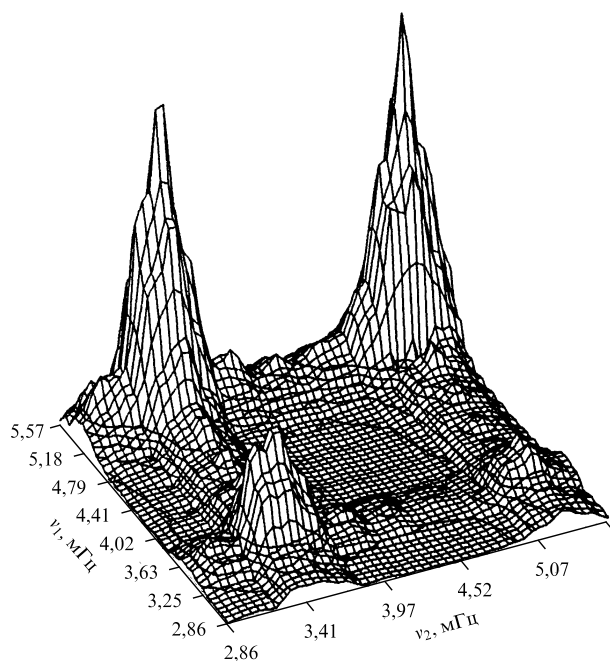


Рис. 1.28. Двомірний спектр ЯКР  $^{14}\text{N}$  в гексогені  $\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6\text{O}_6$  [54].

Розроблення експериментальних засобів релаксаційної та імпульсно-резонансної спектроскопії на базі модифікованих послідовностей Хана, Карра-Паррселла, Мейбума-Гілла та сучасній компонентній базі уможливить виведення ЯКР експериментів на новий більш високий рівень. Останнє забезпечить створення та оновлення методів: підвищення точності

вимірювання температури з використанням ЯКР в шаруватих напівпровідниках; вимірювання слабких магнітних полів з використанням ефекту Зеємана у шаруватих кристалах; встановлення якості матеріалів після вирощення та відпалу.

### **Висновки до 1-го розділу**

1. Метод ядерного квадрупольного резонансу дозволяє вивчити розподіл електронної густини у великій кількості хімічних сполук, до складу яких входять атоми, що містять квадрупольні ядра. Поглинання випромінювання, пов'язане з квадрупольними переходами можна спостерігати тільки в твердій фазі, так як в газах і рідинах хаотичний рух і неупорядкованість молекул усереднюють градієнт електричного поля на ядрі та розщеплення квадрупольних рівнів енергії не відбувається.

2. Проведений аналіз існуючих експериментальних методів спостереження ядерного квадрупольного резонансу в діапазоні частот від  $\sim 2$  до 1000 МГц дає можливість розділити їх на дві групи – стаціонарні (неперервні) та імпульсні. В стаціонарному методі для спостереження резонансу застосовується спіновий детектор, в якому резонансний сигнал реєструється за рахунок поглинання енергії радіочастотних коливань спіновою системою. Симетрична схема спінового детектора має ряд переваг над асиметричною (зниження коефіцієнта шуму; підвищення чутливості; послаблення впливу магнітних; акустичних та вібраційних впливів), що уможливорює її використання в термометрії на основі ядерного квадрупольного резонансу.

3. Для покращення співвідношення сигнал/шум у стаціонарній радіоспектроскопії застосовують метод швидкого сканування з неперервним усередненням, який дозволяє суттєво зменшити час реєстрації резонансних спектрів. Недоліком даного методу є спотворення резонансної лінії унаслідок впливу на її форму модулюючого магнітного поля, тому такий спосіб

спостереження зручний в основному для швидкого пошуку спектрів невідомих речовин.

4. Імпульсні методи радіоспектроскопії полягають у спостереженні відгуку системи ядерних спінів (сигнали спаду вільної індукції чи луни) на короткий та потужний радіочастотний імпульс чи серію імпульсів. Це дозволяє скоротити час спостереження багатокomпонентних широкосмугових методів у порівнянні зі стаціонарним методом, резонансні спектри у якому реєструються неперервним скануванням частоти при малій потужності генератора збудження. Застосування імпульсних методів, на відміну від стаціонарних, уможлиблює отримання додаткової інформації про фізичну природу речовини шляхом вимірювання часів спін-спінової та спін-граткової релаксацій.

5. Із аналізу літературних джерел присвячених дослідженню процесів реєстрації квадрупольного і магнітного резонансів, впливає, що наукові праці охоплюють широкий сегмент імпульсної спектроскопії: розроблення експериментальних методів дослідження, розвиток програмно-апаратних засобів цифрового оброблення сигналів спаду вільної індукції, розроблення детекторів вибухових та наркотичних речовин, резонансна комп'ютерна томографія та інше.

6. У імпульсній апаратурі, призначеній для пошуку невідомих сигналів квадрупольного резонансу, необхідно зберігати постійними фазові співвідношення між сигналами спінової системи і опорним сигналом на будь-якій частоті робочого діапазону спектрометра. В спектрометрах когерентного типу можна застосовувати синхронне детектування сигналу а опорний сигнал подається безпосередньо на вхід приймального пристрою. В такому випадку основним джерелом фазових спотворень є передавальний тракт. Для зведення до мінімуму фазових спотворень необхідно зменшити число каскадів в цьому тракті і зробити їх широкосмуговими.

7. При дослідженні органічних речовин, в тому числі із вмістом азоту, інтенсивність резонансних сигналів є надто слабкою і пряме імпульсне

детектування практично неможливе. Особливо це відчувається при проведенні досліджень в області кімнатних температур. Збільшення потужності радіочастотних імпульсів стає небезпечним через можливість електричних пробоїв в коливальному контурі і нагрів зразка. Іншою проблемою при цьому є трудність у нейтралізації приймального тракту під час дії потужного радіочастотного імпульсу.

8. Метод подвійного ядерного квадрупольного резонансу в слабкому магнітному полі використовується в тому випадку, якщо чутливість прямих методів виявляється недостатньою внаслідок розташування резонансних ліній поглинання в області низьких частот або малій концентрації квадрупольних ядер у сполуці. Для підвищення чутливості детектування сигналів від вибухових речовин успішно застосовується методика крос-релаксаційної спектроскопії. Перевагою методу подвійного резонансу з крос-релаксацією є можливість роботи при кімнатній температурі та без вживання радіочастотного опромінювання квадрупольної системи. В силу того, що в методі подвійного резонансу з крос-релаксацією спостерігається розширення резонансних ліній за рахунок присутності магнітного поля, застосування його для дослідження мультиплетних широкосмугових спектрів є практично неможливим.

9. Двочастотні методи ядерного квадрупольного резонансу забезпечують суттєве підвищення інформативності резонансних спектрів та хорошу роздільну здатність, однак чутливість 2М-експериментів не може перевищувати чутливість 1М-експериментів при однакових вихідних умовах. Хорошу роздільну здатність широкосмугового спектру можна отримати і при використанні методики прямого імпульсного детектування, тому цей метод представляє найбільший інтерес в багатьох практичних застосуваннях.

10. Розроблення нових методик прямого імпульсного детектування представляє значний інтерес науковців, оскільки уможливить досягнення чутливості експерименту співставної з методом подвійного резонансу при збереженні високої точності та інформативності спектрів. Відсутність

катушок магнітної модуляції та застосування сучасної компонентної бази забезпечить зниження вартості та масо-габаритних показників обладнання і уможливить його ефективне впровадження в різні галузі науки та народного господарства України.

## РОЗДІЛ 2

### Моделі радіотехнічних систем імпульсного когерентного спектрометра ЯКР та параметрична ідентифікація сигнальних перетворень в його трактах

#### 2.1. Розроблення імітаційної моделі прямого імпульсного методу спостереження ЯКР

Для комп'ютерного моделювання сигнальних перетворень в імпульсному спектрометрі ЯКР, принцип дії якого ґрунтується на прямому детектуванні СВІ з перетворенням Фур'є для візуалізації резонансних спектрів, необхідно представити очікуваний відгук ядерної системи на короткий  $\delta$ -подібний імпульс збудження. Більшість існуючих моделей сигналів ядерного квадрупольного резонансу володіють значною аналітичною громіздкістю, що утруднює їх застосування в системах моделювання реального часу [84-87]. Взаємодію котушки ЯКР-спектрометра із зразком в межах частот близьких до резонансних інколи представляють у вигляді еквівалентної електричної схеми, що не є практичним при моделюванні мультиплетних спектрів в широкій частотній смузі [86].

Більш ефективним є представлення відгуку спінової резонансної системи на радіочастотний імпульс збудження імпульсною перехідною характеристикою, яка відповідає сигналу спаду вільної індукції чи луни.

Математична модель сигналу СВІ для  $k$ -ї резонансної частоти, що реєструється на контурі спектрометра ЯКР після дії радіочастотного  $90^\circ$ -го імпульсу збудження має вигляд [88]:

$$y(t) = A \sum_{k=1}^d K_k e^{-[\beta_k + i\omega_k(T)]t} + n(t), \quad (2.1)$$

де  $A$  – загальна амплітуда, величина якої визначається потужністю сигналу збудження;  $K_k$  – масштабний коефіцієнт для амплітуди  $k$ -ї компоненти;  $\beta_k$  – коефіцієнт затухання сигналу, що залежить від тривалості релаксаційних

процесів всередині спінової системи;  $\omega_k(T)$  – резонансна частота ЯКР, що залежить від температури  $T$ ;  $n(t)$  – шумова складова СВІ сигналу.

Формула (2.2) відображає математичну модель мультисегментного квадрупольної луни, що реєструється на контурі спектрометра ЯКР при збудженні зразка  $m$ -тим  $180^\circ$ -м імпульсом. Після дії  $180^\circ$ -го імпульсу фази обертання ядерних спінів зміняться на протилежні. Як наслідок, через деякий час  $t_g$  від початку експерименту виникає сигнал луни, що зменшується з часом за законом  $\exp(-t/T_2)$ . В результаті збудження спін-луна послідовністю (послідовність з 1-го  $90^\circ$ -го та серії з  $m$   $180^\circ$ -х імпульсів) сигнал відгуку запишемо у вигляді функції [88]:

$$y^m(t) = A \sum_{k=1}^d K_k e^{-\eta_k(T)(t+m \cdot 2t_g)} e^{-\beta_k |t-m \cdot 2t_g + t_g| + i\omega_k(T)t} + n(t), \quad (2.2)$$

де  $\eta_k(T)$  – коефіцієнт затухання сигналу луни, що залежить від величини  $T_2$  зразка;  $t_g$  – часовий інтервал між першим та другим імпульсами збудження;  $2t_g$  – часовий інтервал після дії другого імпульсу збудження.

На рис. 2.1 у вигляді сукупності СВІ (2.1) та спінової луни (2.2) представлено змодельований тестовий сигнал ЯКР, що відповідає збудженню резонансу багатоімпульсною спін-луна послідовністю типу Карра-Парсела у зразку з одночастотним відгуком [89].

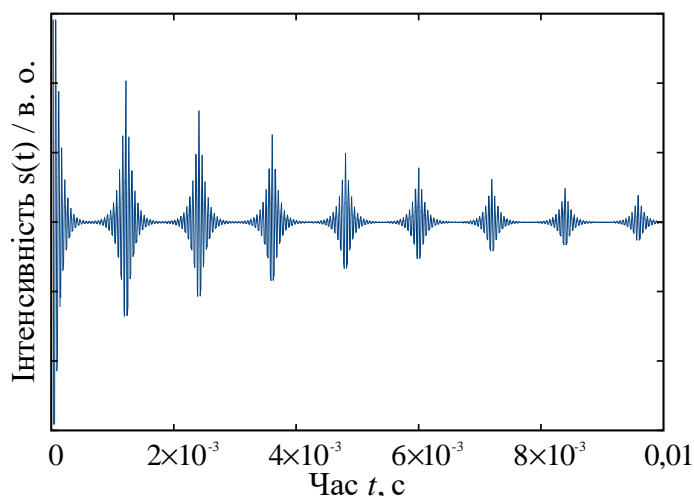


Рис. 2.1. Модель сигналу ЯКР, що відповідає збудженню зразка багатоімпульсною спін-луна послідовністю

Для моделювання сигнальних перетворень в радіочастотних трактах спектрометра розроблена імітаційна модель прямого імпульсного методу спостереження ЯКР в програмному середовищі MATLAB Simulink (рис. 2.2) [90]. Модель, що включає високочастотний передавач, приймальний тракт та вимірювальний блок побудована за принципом реалізації однокотушкового когерентного імпульсного радіоспектрометра ЯКР без перетворення несучої частоти.

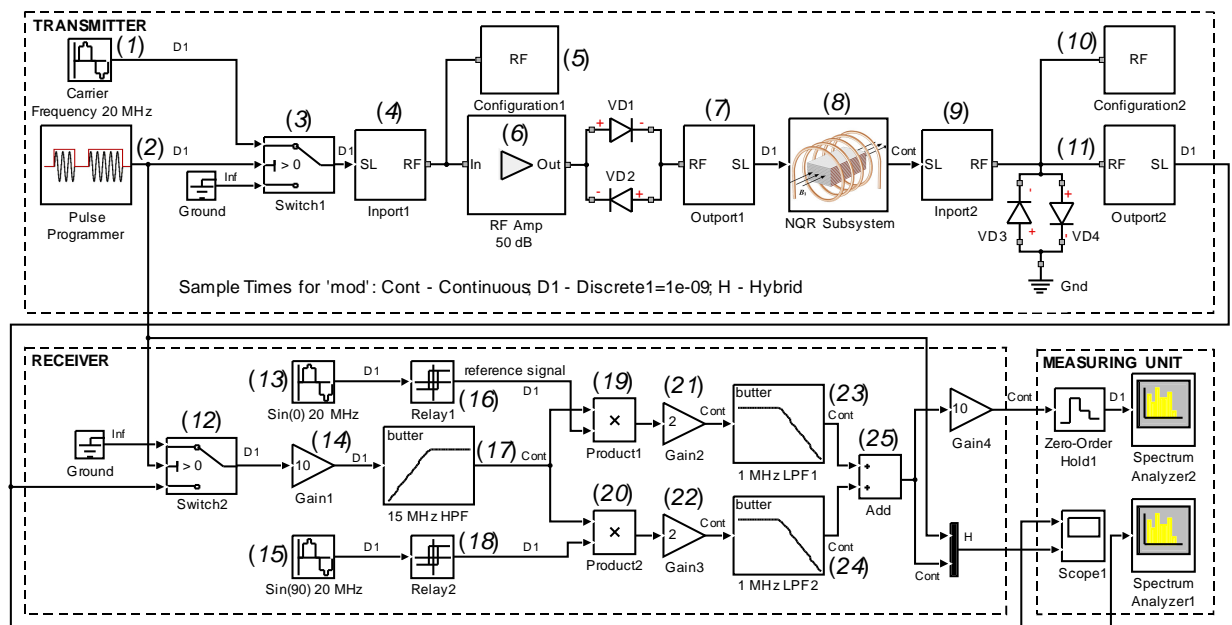


Рис. 2.2. Імітаційна модель методу прямого імпульсного спостереження ЯКР, реалізована в середовищі MATLAB Simulink

Джерелом частоти носійного сигнал коливання  $\omega_0$  слугує синтезатор (1), що генерує синусоїдальні коливання в діапазоні частот 1–50 МГц. Останні необхідні для заповнення імпульсів зондування у діапазоні резонансних частот ЯКР, а також для формування сигналу опорної напруги для квадратурного детектора приймального тракту. Сигнал з синтезатора поступає на швидкодіючий ключ (3), формуючий зондуючі імпульси  $\tau_{зон}$ , передні фронти яких когерентні з фазою несучого коливання. Програматор (2) керує електронним ключем, що забезпечує формування імпульсних



послідовностей з часовими співвідношеннями сформованих відеоімпульсів у відповідності до наперед заданого алгоритму [91].

Вихідний підсилювач (6) з коефіцієнтом підсилення близько 50 дБ навантажений на котушку з досліджуваним зразком. Останні формують ЯКР-підсистему спектрометра (8) в запропонованій моделі. При резонансі імпеданс контуру зменшується:

$$Z - Z_r = Z_0 \frac{4\pi QrP}{\omega_0 H_1^2},$$

де  $Q$  – добротність котушки,  $P$  – потужність, що поглинається зразком,  $r$  – коефіцієнт заповнення котушки зразком,  $\omega_0$  – частота резонансу,  $H_1$  – амплітуда радіочастотного поля.

Розроблена s-модель використовує множину різнотипних бібліотек Simulink, тому для перетворення форматів даних між модулями математичних функцій і віртуальних фізичних пристроїв застосовано узгоджувальні (4, 7, 9, 11) та конфігураційні (5, 10) блоки.

У випадку збудження резонансу коротким одиничним  $\delta$ -імпульсом сигнал відгуку є імпульсною перехідною функцією:

$$s(t) = y(t) + y^m(t)$$

і ЯКР-підсистема (8) в запропонованій імітаційній моделі може бути представлена узагальненою передавальною характеристикою:

$$H(p) = \frac{Y(p)}{X(p)},$$

де  $X(p) = L\{x(t)\}$  та  $Y(p) = L\{s(t)\}$  – зображення за Лапласом оригіналів сигналів збудження та відгуку ЯКР:

$$Y(p) = L\{s(t)\} = \int_0^{\infty} s(t) e^{-pt} dt,$$

$$X(p) = L\{x(t)\} = \int_0^{\infty} x(t) e^{-pt} dt.$$

Для отримання математичної моделі відгуку ЯКР-підсистеми

спектрометра у вигляді імпульсної перехідної характеристики застосуємо базові принципи з теорії радіоавтоматики і представимо спінову систему ядра коливальною ланкою з передавальною характеристикою [92]:

$$W(p) = \frac{k}{T^2 p^2 + 2\xi T p + 1}, \quad 0 < \xi < 1, \quad (2.3)$$

де  $k$  – безрозмірний коефіцієнт підсилення (для ідеальної коливальної ланки  $k = 1$ ),  $T$  – постійна часу,  $\xi$  – коефіцієнт демпфірування.

Характеристичне рівняння коливальної ланки:

$$A(p) = T^2 p^2 + 2\xi T p + 1 = 0. \quad (2.4)$$

Корені (2.4) мають від’ємну дійсну частину (2.5), отже система другого порядку, що описує коливальну ланку є стійкою:

$$p_{1,2} = -\alpha \pm j\beta, \quad \alpha = \frac{\xi}{T}, \quad \beta = \frac{\sqrt{1-\xi^2}}{T}. \quad (2.5)$$

В такому випадку на часову залежність імпульсної перехідної характеристики коливальної ланки впливають наступні фактори:

- коефіцієнт  $\xi$  визначає міру коливальності ланки;
- коефіцієнт  $\alpha$  визначає час перехідного процесу  $t_{\text{пер}} = 3/\alpha$ ;
- коефіцієнт  $\beta$  є частотною характеристикою коливання.

Для спрощення аналізу застосуємо таблиці перетворення Лапласа, тоді передавальну функцію можна отримати у вигляді відношення двох поліномів комплексної змінної  $p$  [92]. Оскільки імпульсна перехідна характеристика є реакцією системи на ідеальний імпульсний вхідний вплив, математичною моделлю якого є дельта-функція  $\delta(t) = x(t)$ , то передавальну функцію (2.3) необхідно перетворити:

$$g(t) = L^{-1}\{W(p)\} = L^{-1}\left\{\frac{k}{T^2 p^2 + 2\xi T p + 1}\right\} = \frac{k}{\beta T^2} \cdot e^{-\alpha t} \sin \beta t. \quad (2.6)$$

Метод ЯКР також часто застосовують для дослідження зразків, яким характерні складні мультиплетні спектри (наприклад, моноселеніди індію чи галію). У такому випадку в моделі ЯКР-підсистеми необхідно врахувати

мультикомпонентність спектрів, представляючи зображення сигналу відгуку у вигляді суми:

$$Y(p) = Y_1(p) + Y_2(p) + \dots + Y_n(p),$$

тоді передавальна характеристика описуватиме ЯКР-підсистему спектрометра у вигляді  $n$  коливальних ланок з'єднаних паралельно:

$$W(p) = \sum_{i=1}^n H_i(p) = \frac{Y_1(p) + Y_2(p) + \dots + Y_n(p)}{X(p)}.$$

На рис. 2.3 зображено  $s$ -модель ЯКР-підсистеми радіоспектрометра у якій блок «Transfer Fcn0» моделює відгук коливального контуру  $LC$ , блоки «Transfer Fcn1 – Transfer Fcn12» моделюють відгук спінових коливальних систем мультиплетного спектру ЯКР (сигнал СВІ). Моделлю джерела шумових сигналів з рівномірним розподілом та обмеженою смугою частот слугує блок «Band-Limited White Noise».

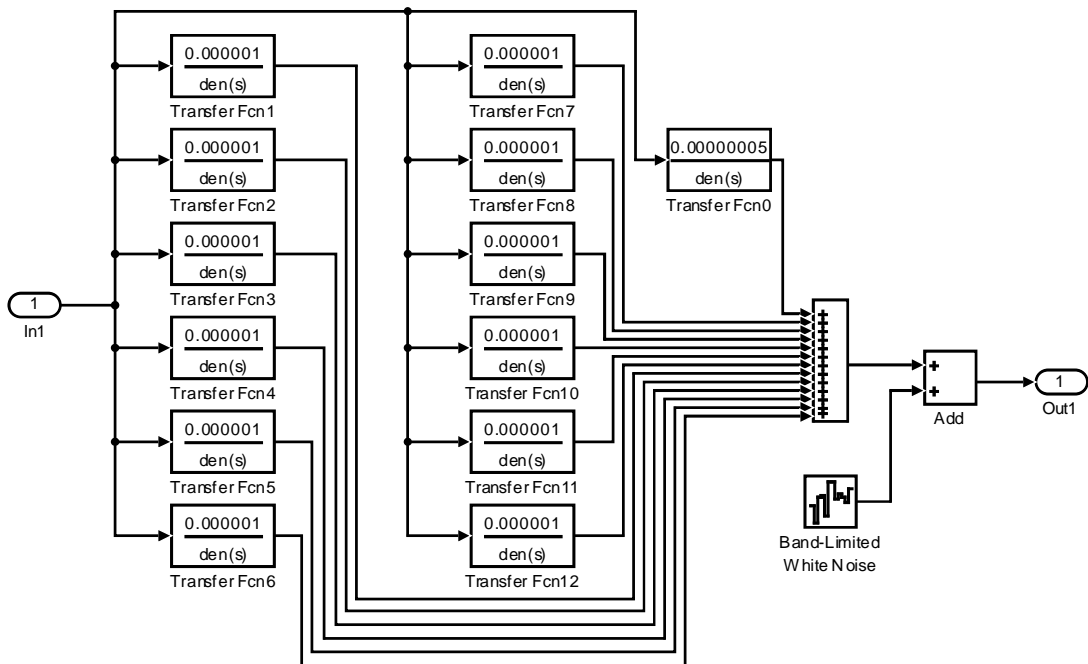


Рис. 2.3. Модель ЯКР-підсистеми імпульсного спектрометра, реалізована в середовищі MATLAB Simulink

Аналіз залежностей (2.1) і (2.2) та співставлення їх з часовими характеристиками імпульсної перехідної функцій (2.6) дозволив розрахувати

значення параметрів передавальних характеристик коливальних ланок (табл. 2.1), необхідні для проведення імітаційного моделювання ЯКР <sup>115</sup>In.

Таблиця 2.1.

Параметри передавальних характеристик коливальних ланок

Ланка	Коефіцієнт передачі $k$	Постійна часу $T$ , с	Коефіцієнт демпфірування $\xi$
Transfer Fcn0	5e-8	7.9577e-9	3.1416e-5
Transfer Fcn1	1e-6	7.7758e-9	3.2151e-5
Transfer Fcn2	1e-6	7.7676e-9	3.2185e-5
Transfer Fcn3	1e-6	7.7492e-9	3.2261e-5
Transfer Fcn4	1e-6	7.7451e-9	3.2278e-5
Transfer Fcn5	1e-6	7.7411e-9	3.2295e-5
Transfer Fcn6	1e-6	7.7377e-9	3.2309e-5
Transfer Fcn7	1e-6	7.7337e-9	3.2326e-5
Transfer Fcn8	1e-6	7.7165e-9	3.2398e-5
Transfer Fcn9	1e-6	7.7125e-9	3.2415e-5
Transfer Fcn10	1e-6	7.7079e-9	3.2434e-5
Transfer Fcn11	1e-6	7.7034e-9	3.2453e-5
Transfer Fcn12	1e-6	7.6994e-9	3.2470e-5

При реєстрації резонансу прямими імпульсними методами виникає проблема в усуненні перевантаження приймального тракту радіоспектрометра під час дії імпульсу зондування і придушенні вільних коливань після закінчення його дії [93]. Останнє обумовлено залишковим «дзвоном» коливального контуру  $LC$  і може істотно збільшити «мертву» зону при прийманні сигналу індукції або навіть повністю унеможливити його прийом і подальше оброблення. У такому випадку втрачається корисна інформація, яка важлива при застосуванні перетворення Фур'є до сигналу спінової індукції з метою візуалізації спектру ЯКР. Спостереження сигналів ЯКР у проміжках між імпульсами радіочастотного поля дозволяє уникнути

багатьох труднощів, пов'язаних з присутністю радіочастотного поля. Для усунення перевантаження каскадів приймача на його вході встановлені обмежувальні діоди з високою швидкістю перемикання ( $VD3$ ,  $VD4$  на рис. 2.2).

Сигнал ядерної спінової індукції, що виникає в передавально-приймальній котушці  $LC$  контуру, поступає на електронний ключ ( $I2$ ), що на практиці реалізують у вигляді стробуючого підсилювача. Останній шунтує вхід приймача на деякий час  $\tau_{стр} = \tau_{збуд} + \tau_{пер}$ , де  $\tau_{пер}$  – додатковий час, обумовлений перехідними процесами. Перевищення  $\tau_{стр} > \tau_{збуд}$  визначається тривалістю перехідного процесу в приймальній котушці зі зразком після дії  $\tau_{збуд}$  і встановлюється експериментально.

Малошумлячий підсилювач ( $I4$ ) з діапазоном регулювання коефіцієнта підсилення 0 – 50 дБ відіграє суттєву роль у формуванні співвідношення сигнал/шум на виході спектрометра. Для ослаблення надлишкового шуму і паразитних гармонік введений фільтр високих частот ( $I7$ ), частота зрізу якого встановлюється нижче резонансних частот ЯКР (0.2 – 1 МГц). Вибір смуги пропускання фільтра обумовлено, головним чином, шириною спектру резонансного сигналу.

Для виділення комплексної обвідної прийнятого радіосигналу СВІ необхідно позбавитись від несного коливання  $\omega_0$ , тобто виконати перенесення резонансного спектру в низькочастотну область. Модель квадратурний детектора радіоспектрометра реалізовано на основі двох балансних змішувачів ( $I9$ ,  $I20$ ) з однаковими за амплітудою і частотою та зсунутими за фазою на  $90^\circ$  опорними сигналами ( $I3$ ,  $I5$ ). Перший змішувач налаштований на реєстрацію синусоїдальної, а другий – на реєстрацію косинусоїдальної компонент сигнал ЯКР. В реальному експерименті обидва детектори реєструють суміш обох ортогональних компонент сигнал СВІ. Отримані сигнали представляють дійсну та уявну частини комплексного спектру ЯКР. Однією із принципів переваг в застосуванні квадратурного детектування є підвищення відношення сигнал/шум на  $\sqrt{2}$  разів, тому

більшість сучасних спектрометрів застосовують саме цей метод виділення сигналу з шуму. Крім того, такий метод детектування широко застосовується в двомірній двочастотній спектроскопії ЯКР. Для роботи квадратурного детектора у ключовому режимі застосовано блоки компараторів (16, 18), що перетворюють опорний сигнал синусоїдальної форми у прямокутні імпульси типу меандр. У результаті множення прийнятого сигналу  $s(t)$ , що має в загальному випадку безперервний спектр  $s(\omega)$ , на опорний сигнал з частотою  $\omega_0$  відбувається перенесення резонансного спектру по вісі частот на величину, що дорівнює частоті опорного сигналу  $\omega_0$ . Сигнали з виходу квадратурного детектора через узгоджувальні підсилювачі (21, 22) поступають на входи фільтрів нижніх частот (ФНЧ) Батерворта 6-го порядку (23, 24), які забезпечують фільтрацію корисного сигналу СВІ від компонент подвоєної частоти. Оскільки смуга пропускання детектора визначається частотою зрізу ФНЧ, то ефективне значення діапазону частот останніх обумовлене шириною досліджуваних резонансних спектрів і може змінюватись у діапазоні 0 – 500 кГц. Сигнали відгуку ЯКР (луни або СВІ) з виходів низькочастотних фільтрів через суматор (25) подаються на осцилограф та аналізатор спектру. В реальному експерименті необхідно забезпечити роздільне аналогово-цифрове перетворення (АЦП) сигналів з виходів кожного фільтра (23, 24) з метою подальшого математичного оброблення квадратурної та синфазної складових резонансних спектрів у спеціалізованому програмному забезпеченні.

Перетворення сигналу СВІ в частотну область проводять після того, як методами цифрового накопичення і усереднення отримано задовільне відношення сигнал/шум. В імпульсній Фур'є-спектроскопії спектр ЯКР отримують після застосування перетворення Фур'є до сигналу СВІ, представленого функцією (2.1) або (2.2):

$$J(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} y(t) e^{i\omega t} dt. \quad (2.7)$$

Функція (2.1) може бути комплексною, проте експеримент показує, що вона дійсна і описує часову залежність амплітуди сигналу ЯКР [94]. Незважаючи на це, спектральне представлення (2.7) може бути комплексним унаслідок того, що під знаком інтегралу знаходиться комплексна експонента. Представимо експоненту в її альтернативній формі, як комбінацію тригонометричних функцій:

$$e^{i\omega t} = \cos(\omega t) + i \sin(\omega t).$$

В такому випадку перетворення має дійсну і уявну частини:

$$\operatorname{Re}[J(\omega)] = \int_{-\infty}^{\infty} y(t) \cos(\omega t) dt, \quad (2.8)$$

$$\operatorname{Im}[J(\omega)] = \int_{-\infty}^{\infty} y(t) \sin(\omega t) dt. \quad (2.9)$$

Як дійсна, так і уявна складова містить представлення резонансного спектру з різними формами лоренцевої лінії. Дійсна складова (2.8) відповідає сигналу поглинання, а уявна (2.9) – сигналу дисперсії. Спектри ЯКР прийнято записувати у формі сигналу поглинання, таким чином, для реєстрації використовується дійсна частина спектру ЯКР [94].

Як відомо, сигнали відгуку ЯКР досить слабкі та, у випадку досліджень речовин з малою концентрацією резонуючих ядер, складають одиниць мікровольт. Це призводить до маскування корисного сигналу, як шумами приймально-передавального тракту радіоспектрометра так і зовнішніми паразитними дестабілізуючими впливами. Щоб максимально наблизитись до умов фізичного експерименту і врахувати названі вище фактори в зображеній на рис. 2.2 імітаційній моделі введені джерела шумових сигналів з рівномірним розподілом та обмеженою смугою частот.

## **2.2. Параметричне моделювання широкосмугового енергетично ефективного передавача імпульсного спектрометра ЯКР**

У більшості існуючих методик для збудження ЯКР, ПЯКР, ЯМР

застосовують короткі  $\delta$  - подібні радіочастотні імпульси [93]. Оскільки, за своєю формою, огинаюча такого імпульсу є прямокутним відео імпульсом, то його в певному наближенні можна вважати широкосмуговим і застосовувати для збудження резонансу у відносно широкій смузі частот. Дана методика успішно використана при вивченні сенсорних властивостей, структури та дефектності кристалічної будови сполук на основі елементів  $A^3B^6$  (*GaS*, *GaSe*, *InSe* та ін.) [95]. Безумовно, що такі дослідження потребують продовження, зокрема на основі модифікування методів імпульсної спектроскопії ЯКР, оскільки це надасть можливість вивчення чутливих до температури і тиску динамічних характеристик кристалічної ґратки, входження домішок і вплив дефектів структури кристалів на фізико-хімічні властивості пристроїв розроблених на основі даних матеріалів [96]. Однак, така методика утруднює експрес пошук резонансу в сполуках з наперед невідомим хімічним складом, адже в даному випадку для ідентифікації квадрупольних ядер необхідно проводити сканування в широкому діапазоні частот шляхом зміни носійної частоти заповнення радіоімпульсу, що значно збільшує час проведення експерименту.

Перспективним вирішенням проблеми експрес ідентифікації частот ЯКР є застосування сигналів, ширина частотної смуги яких не залежить, або слабо залежить від тривалості імпульсу збудження. Такими властивостями володіють стаціонарні випадкові сигнали з незалежними у довільні моменти часу миттєвими значеннями, зокрема білий Гаусів шум. Використання даних сигналів накладає ряд обмежень на роботу енергоєфективних ключових імпульсних підсилювачів потужності, які останнім часом часто застосовують в радіотехнічних системах зв'язку на основі імпульсного чи гармонічного переносника. Необхідність підсилення широкосмугових сигналів вимагає підвищення частоти широтно-імпульсного модулятора ключового підсилювача до, як мінімум, вдвічі вищих частот. А це з технічної точки зору досить складна задача [97]. З іншої точки зору – необхідність створення портативних малогабаритних спектрометрів вимагає підвищення



енергетичної ефективності їх передавачів: зниження споживаної потужності; підвищення коефіцієнту корисної дії; забезпечення стабільності температурних режимів і високої надійності роботи [77, 98].

Для дослідження імпульсним методом ЯКР речовин з малою концентрацією резонують ядер необхідне формування імпульсів збудження високої потужності ( $P_{ВМХ} \approx 1000$  Вт) що, своєю чергою, вимагає забезпечення коефіцієнту підсилення ВЧ передавача ЯКР спектрометра не менше 50 дБ. Розглянемо структуру запропонованого широкосмугового передавача на прикладі його імітаційної моделі, що зображена на рис. 2.4. Модель містить формувач імпульсів збудження та лінійний підсилювач потужності, вихід якого навантажений на  $LC$  коливальний контур – давач спектрометра.

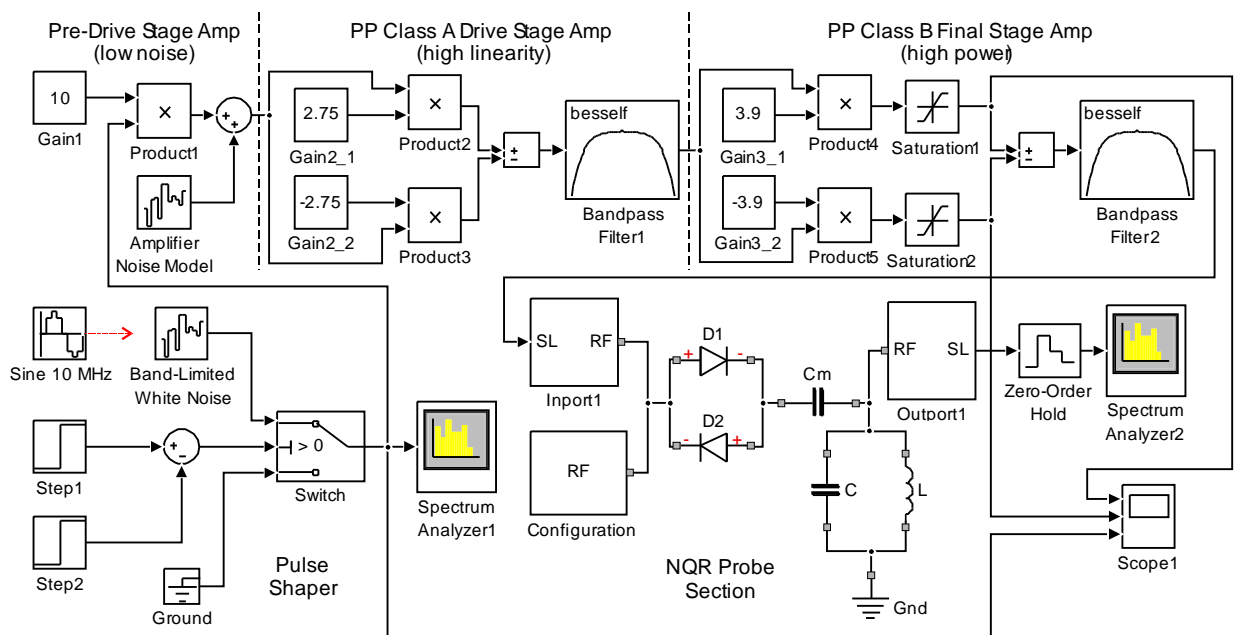
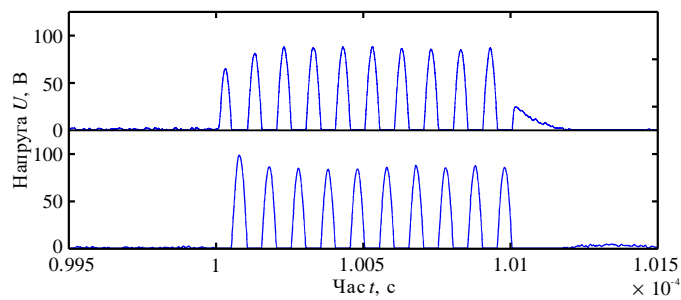


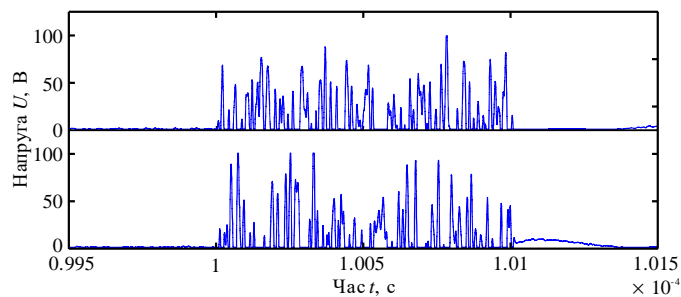
Рис. 2.4. Імітаційна модель ВЧ передавача імпульсного спектрометра ЯКР реалізована в середовищі MATLAB Simulink

Розрахований коефіцієнт підсилення передавача складає близько 47 дБ при смузі робочих частот 1 – 50 МГц, що відповідає заданим умовам проведення імпульсного експерименту. В плані підвищення енергетичної ефективності найбільш важливими є другий та третій каскади передавача,

оскільки вони працюють у лінійних режимах підсилення і відповідно на їх активних елементах розсіюється найбільша кількість теплової енергії. На основі запропонованої моделі проведено параметрична комп'ютерна ідентифікація (симуляція) з максимально можливим врахуванням параметрів реального експерименту для випадків підсилення імпульсів зондування з синусоїдальним та з шумовим заповненням. В моделюванні рахувались параметри транзисторів RD16HNF1 та IRF510, які планується використати у проміжному та вихідного каскадах лабораторного макету пристрою [99, 100]. Джерелом шумових сигналів є блок «Band-Limited White Noise». Епюри миттєвих значень напруг у вихідних колах вихідного каскаду ВЧ передавача приведені на рис. 2.5.



а)



б)

Рис. 2.5. Епюри напруг на стоках транзисторів вихідного двотактного каскаду ВЧ передавача, отримані при підсиленні синусоїдальних (а) та шумоподібних сигналів (б)

З отриманих залежностей видно, що при запропонованій схемній реалізації широкосмуговий передавач однаково добре відтворює форму, як

синусоїдальних (рис. 2.5,а) так і шумоподібних (рис. 2.5,б) імпульсних сигналів. Важливою характеристикою ВЧ передавача імпульсного спектрометра, за якою визначають його широкосмуговість, є смуга робочих частот. Спектральна густина потужності білого Гаусового шуму є постійною у безмежно широкому діапазоні частот. Для відтворення умов реального експерименту, смугу пропускання передавача встановлено на рівні  $\Delta F_{TX} = 0.5 - 50$  МГц завдяки застосуванню конфігураційних блоків «Bandpass Filter». Проведено дослідження залежності ширини спектру сигналу  $\Delta f$  на виході передавача від тривалості імпульсів збудження  $\Delta\tau = 1 - 100$  мкс із синусоїдальним (рис. 2.6,1) та шумовим (рис. 2.6,2) заповненням. В такому випадку максимальна ширина спектру обмежувалась заданою смугою пропускання приймального каналу радіоспектрометра  $\Delta F_{RX} = 1$  МГц з центральними частотами 20 МГц та 50 МГц відповідно.

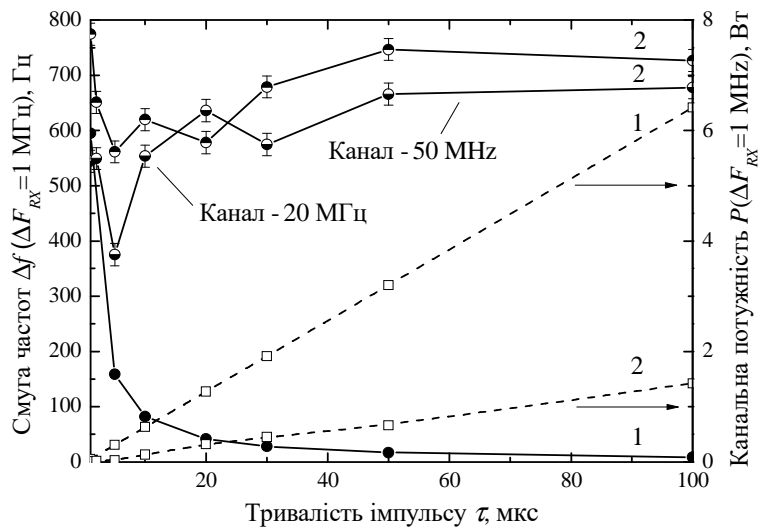


Рис. 2.6. Залежність  $\Delta f$  сигналу на виході передавача від  $\tau$  при збудженні радіоімпульсами (1) та шумовими імпульсами (2)

Як видно з графіків, представлених на рис. 2.6,1 у випадку підсилення радіоімпульсів ефективно і незалежно від центральної частоти приймального каналу працює умова – чим меншою є тривалість імпульсу, тим ширшим є його спектр, що має ґрунтовне математичне підтвердження [101]. Для

імпульсних сигналів з шумовим заповненням в графічній залежності можна виділити два етапи (рис. 2.6,2). При малій тривалості імпульсу зондування ( $\tau_1 \sim 1$  мкс) заповненого шумом з смугою  $\Delta F_{TX}$  його енергетичний спектр (рис. 2.7,а) є усередненою характеристикою частотних властивостей обмеженої на інтервалі часу  $\tau_1$  кількості реалізацій випадкового сигналу. Оскільки, остання у випадку формування коротких імпульсів є малою, то в приймальному каналі з смугою  $\Delta F_{RX}$  спостерігається залежність  $\Delta f(\tau_1)$  притаманна імпульсним сигналам з синусоїдальним заповненням.

При зростанні тривалості зондуючого імпульсу ( $\tau_2 \rightarrow 100$  мкс), заповненого шумом з обмеженою до  $\Delta F_{TX}$  смугою, енергетичний спектр стає більш рівномірним (рис. 2.7,б) унаслідок збільшення кількості реалізацій. У такому випадку спостерігається зростання залежності  $\Delta f(\tau_2)$  до значень 600 – 700 кГц і фактично обмежується смугою пропускання приймача радіоспектрометра  $\Delta F_{RX} = 1$  МГц.

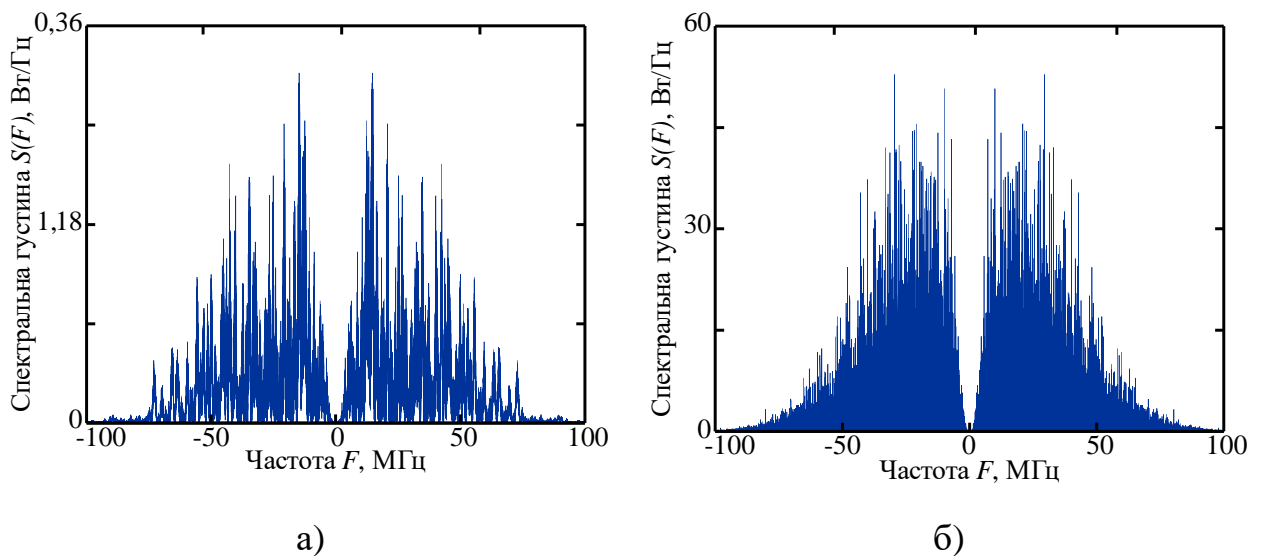


Рис. 2.7. Енергетичні спектри сигналу на виході ВЧ передавача радіоспектрометра у випадку збудження шумовими імпульсними сигналами при  $\tau_1 = 1$  мкс (а) та  $\tau_2 = 100$  мкс (б)

Каскади запропонованого широкосмугового передавача працюють в класах А і В, яким типове значне енергоспоживання і підвищення потужності

розсіювання. Якщо коефіцієнт використання стокової напруги близький до одиниці, то ККД транзисторного каскаду для класу А ( $\Theta = \pi$ ;  $\alpha_0 = 0.5$ ;  $\alpha_1 = 0.5$ ) і класу В ( $\Theta = \pi/2$ ;  $\alpha_0 = 0.318$ ;  $\alpha_1 = 0.5$ ) складають  $\eta_A \approx 0.5$  та  $\eta_B \approx 0.79$  відповідно [97]. У реальному випадку ККД значно менші.

Вихідний двотактний каскад передавача спектрометра побудований за схемою із загальним витоком. При роботі передавача в режимі підсилювача у вихідному колі кожного плеча його схеми протікає постійний струм від джерела живлення  $I_{C0}$  та перша гармоніка змінного струму стоку  $I_{C1}$  обумовлена дією гармонічної напруги збуджувача у вхідному колі. Враховуючи, що миттєва напруга на стоці  $e_C = E_C - U_{mC} \cos \omega t$ , отримаємо потужність розсіювану транзистором:

$$P_{\text{розс}} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} (E_C - U_{mC} \cos \omega t) \cdot (I_{C0} + I_{C1} \cos \omega t) d\omega t = P_0 - P_{\text{вих}}, \quad (2.10)$$

де  $E_C$  – напруга живлення,  $U_{mC}$  – амплітуда першої гармоніки змінної складової ВЧ коливання,  $P_0 = E_C I_{C0}$  – споживана потужність та  $P_{\text{вих}}$  – корисна потужність, що віддається в навантаження (коливальний контур).

У випадку підсилювача імпульсних сигналів, періодичний імпульсний сигнал на виході передавача аналітично представимо наступним чином:

$$x(t) = x(t - kT),$$

де  $T$  – період повторення імпульсів,  $k$  – будь-яке ціле число.

Тоді усереднена величина потужності, що розсіюється на активних елементах (2.10) залежить від шпаруватості радіоімпульсів  $S$ :

$$S = \frac{T}{\tau}, \quad (2.11)$$

де  $\tau$  – тривалість радіоімпульсу.

Шпаруватість визначає співвідношення між імпульсною потужністю та середньою потужністю імпульсів в розрахунку на один Ом:

$$P_{\text{імп}} = \frac{1}{T} \int_0^{\tau} x^2(t) dt,$$

$$P_{\text{сер}} = \frac{1}{T} \int_0^T x^2(t) dt,$$

тобто (2.11) можна представити у вигляді:

$$S = \frac{P_{\text{імп}}}{P_{\text{сер}}}. \quad (2.12)$$

Співвідношення (2.12) необхідно врахувати при виборі режиму експлуатації підсилювача імпульсних сигналів.

Оптимальним для передавача є граничний режим роботи, оскільки в такому випадку корисна потужність і ККД є максимальні а форма імпульсів ВЧ коливання мінімально спотворена. На основі рівняння енергетичного балансу (2.10) та параметрів використаних транзисторів проведено розрахунок факторів, що визначають енергоефективність передавача при заданих  $T$  і  $\tau$ . Із врахуванням потужностей, розсіюваних в імпульсі транзисторами обох каскадів та (2.11), формула для розрахунку середньої потужності розсіюваної на транзисторах за тривалий час:

$$P_{\text{сер}} = \frac{1}{S} (P'_{\text{розс}} + P''_{\text{розс}}) + P_{\text{зм}}.$$

Результати проведених розрахунків для обох каскадів передавача при  $T = 2$  мс і  $\tau = 200$  мкс зведені до табл. 2.2.

Таблиця 2.2.

Результати розрахунку енергетичних параметрів передавача

Каскади передавача	$P_{\text{вих}}$ , Вт	$P_{\text{розс}}$ , Вт	$P_{\text{сер}}$ , Вт	$P_{\text{зм}}$ , Вт
Проміжний	29.37	41.39	28.14	24
Вихідний	499.98	266.25	34.63	8
Обидва	-	307.64	62.77	32

Із результатів наведених в табл. 2.2 видно, що суттєвий вклад у величину сумарної середньої потужності розсіювання  $P_{\text{сер}}$  активними елементами передавача, вносить потужність розсіювання в режимі спокою  $P_{\text{зм}}$ :

$$P_{\text{зм}} = P'_{\text{зм}} + P''_{\text{зм}},$$

де  $P'_{\text{зм}}$  і  $P''_{\text{зм}}$  – потужності розсіювання в режимі спокою для проміжного і вихідного каскадів.

Для зменшення  $P_{\text{зм}}$  реалізовано імпульсне керування зміщенням робочих точок транзисторів. Транзистори виходять в робочий режим за короткий часовий інтервал  $\tau_{\text{дод}} = 0.5 - 1$  мкс, що випереджає момент початку дії імпульсу збудження. При імпульсному зміщенні середня потужність розсіювана на транзисторах за тривалий час визначається за формулою:

$$P_{\text{зм.імп}} = \frac{1}{S} (P'_{\text{розс}} + P''_{\text{розс}}) + \frac{\tau + \tau_{\text{дод}}}{T} (P'_{\text{зм}} + P''_{\text{зм}}). \quad (2.13)$$

Таке рішення дозволяє значно знизити  $P_{\text{зм.імп}}$  (2.13) при роботі лінійного підсилювача в імпульсних режимах зміщення з шпаруватістю  $S > 10$ . На рис. 2.8 наведені результати моделювання залежностей  $P_{\text{сер}}(S)$  та  $P_{\text{зм.імп}}(S)$  для кожного каскаду і підсилювача в цілому. На вставці показано відносний приріст енергетичної ефективності отриманий при застосуванні режиму імпульсного зміщення транзисторів. З графіків видно, що в режимі імпульсного зміщення при  $\tau_{\text{дод}} = 1$  мкс розсіювана потужність зменшилася на 45.8 – 98.39 % для радіоімпульсів шпаруватістю  $10 \leq S \leq 1000$ .

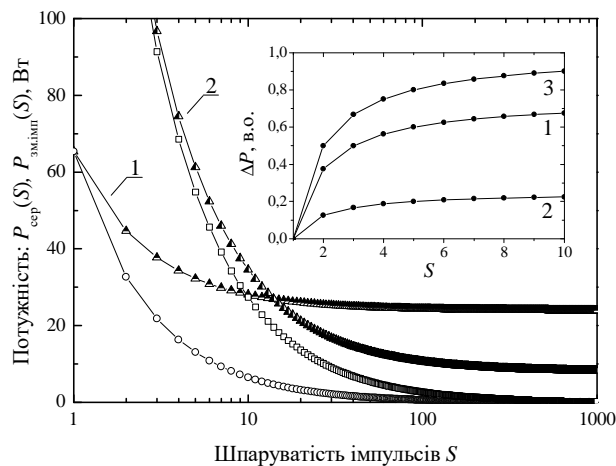


Рис. 2.8. Результати моделювання енергетичних характеристик передавача (3) при неперервному (▲) та імпульсному (□) зміщенні проміжного (1) та вихідного (2) каскадів

### 2.3. Розроблення принципу демодуляції сигналу резонансу на основі квадратурного детектування та фазового циклу CYCLOPS

Методика детектування сигналів СВІ, що частково розглянута в п. 2.1 потребує більш ґрунтовного аналізу, оскільки від її реалізації залежить точність візуалізації складних резонансних спектрів, особливо якщо це стосується багатоімпульсних експериментів. Відомо, що в імпульсному ЯКР сигнали СВІ детектують перенесенням резонансного спектру шириною  $\Omega$  в НЧ діапазон шляхом віднімання опорної частоти  $\omega_0$ , близької до частоти резонуючого ядра. Властивості перетворення Фур'є створюють додаткові проблеми при виборі опорної частоти для синхронного детектора  $\omega_0$ . На перший погляд, логічним є встановлення  $\omega_0$  в центрі спектрального діапазону  $\Omega$  (рис. 2.9,а) і використовувати лише одну компоненту сигналу  $\omega_0 \pm \Omega/2$  для перетворення Фур'є. Однак, в такому випадку, додатні і від'ємні частоти отриманого спектру будуть нероздільними [94].

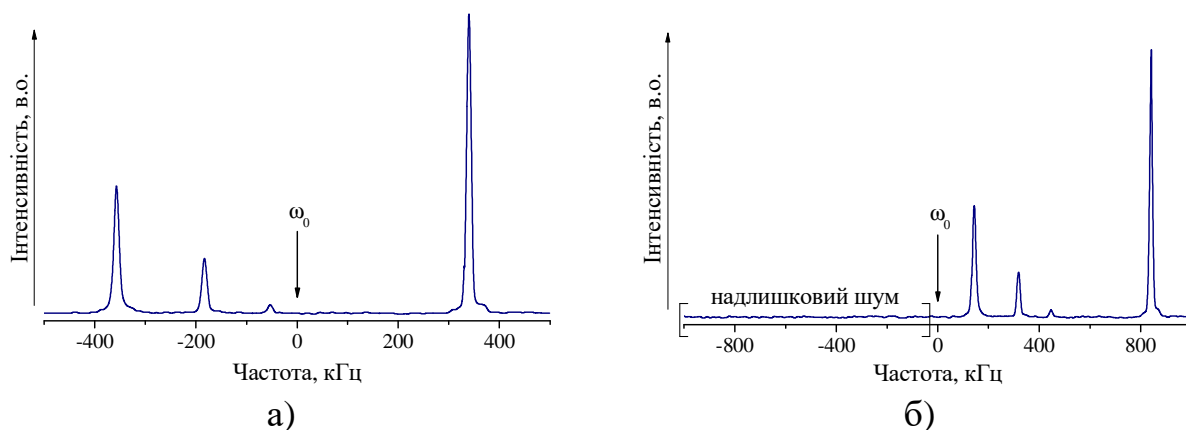


Рис. 2.9. Вибір опорної частоти  $\omega_0$  синхронного детектора при імпульсному збудженні ЯКР: в центрі діапазону  $\Omega$  (а), на краю діапазону  $\Omega$  (б)

Часто для детектування сигналів СВІ застосовують інший спосіб, що полягає у розміщенні частоти  $\omega_0$  на одному з країв спектрального діапазону  $\Omega$  (рис. 2.9,б) [93]. Хоча в даному випадку всі детектовані сигнали будуть однакового знаку (для прикладу виберемо смугу  $\omega_0 + \Omega$ ), але ефект



розстроювання умов резонансу призведе до нерівномірного збудження і зниження відношення сигнал/шум. Крім того, додатковий шум з протилежної відносно  $\omega_0$  спектральної смуги  $\omega_0 - \Omega$  при синхронному детектуванні буде складатись з шумом в робочій смузі  $\omega_0 + \Omega$ . Одним з варіантів вирішення даної проблеми є формування окремих частот для збудження і детектування резонансу, що часто являється технічно складною задачею [102]. Інший варіант полягає у застосуванні квадратурного детектування СВІ, що дозволяє збільшити відношення сигнал/шум на  $\sqrt{2}$  раз (рис. 2.2).

Використання квадратурного детектування крім підвищення чутливості накладає деякі обмеження. Головна проблема полягає в тому, що пригнічення непотрібних піків при складанні двох сигналів буде відбуватись лише при умовах точної рівності їх амплітуд і різниці фаз  $90^\circ$ . В дійсності виконання цих умов є практично неможливим, тому в спектрах присутні незначні залишкові сигнали – квадратурні відбивання [94]. Амплітуда останніх не перевищує 1% від основного сигналу, тому вони є шкідливими лише при вимірюванні слабких піків на фоні відносно інтенсивних.

Останнім часом у розвинутих країнах світу активно ведеться розроблення радіотехнічних систем, що отримали загальну назву Software Defined Radio (SDR) – радіозв'язок з програмованими параметрами компонентів (РППК) [103]. Суть технології РППК полягає у використанні повного оцифрування радіосигналу високошвидкісними АЦП з подальшим обробленням отриманих даних в цифровому вигляді. В такому випадку базові параметри приймально-передавальних пристроїв визначаються саме програмним забезпеченням, а не апаратною конфігурацією.

Модель ВЧ приймача імпульсного спектрометра ЯКР, в якій для реалізації квадратурного детектора з системою фільтрації та пригнічення квадратурних відбивань вибрана технологія РППК, зображена на рис. 2.10. Приймач розроблений за принципом прямого оцифрування сигналу – DDC Digital Down-Converter (DDC), що дозволило істотно скоротити довжину

його аналогового тракту, а отже, зменшити зашумленість сигналу СВІ та асиметричність параметрів детектованих сигналів. В експериментальному макеті спектрометра планується використати високошвидкісний 12-розрядний АЦП AD9230BCPZ (швидкість перетворення 170 MSPS) для оцифрування сигналу відгуку в діапазоні резонансних частот 1 – 50 МГц [104].

Для моделювання приймального тракту спектрометра в MATLAB Simulink синтезовано тестовий радіосигнал, що являє собою носійне коливання частотою 30 МГц з огинаючою у вигляді суми двох гармонік – 400 кГц і 800 кГц. В даному випадку смуговий радіосигнал:

$$s(t) = a(t) \cos(\Phi(t)) = a(t) \cos(\omega_0 t + \varphi(t))$$

є дійсною частиною комплексного сигналу  $z(t)$  [105]:

$$z(t) = a(t) \cos(\omega_0 t + \varphi(t)) + j \cdot a(t) \sin(\omega_0 t + \varphi(t)) = z_m(t) \exp(j\omega_0 t),$$

де комплексна огинаюча:

$$z_m(t) = a(t) \exp(j \cdot \varphi(t)) = a(t) \cos(\varphi(t)) + j \cdot a(t) \sin(\varphi(t)) = I(t) + jQ(t).$$

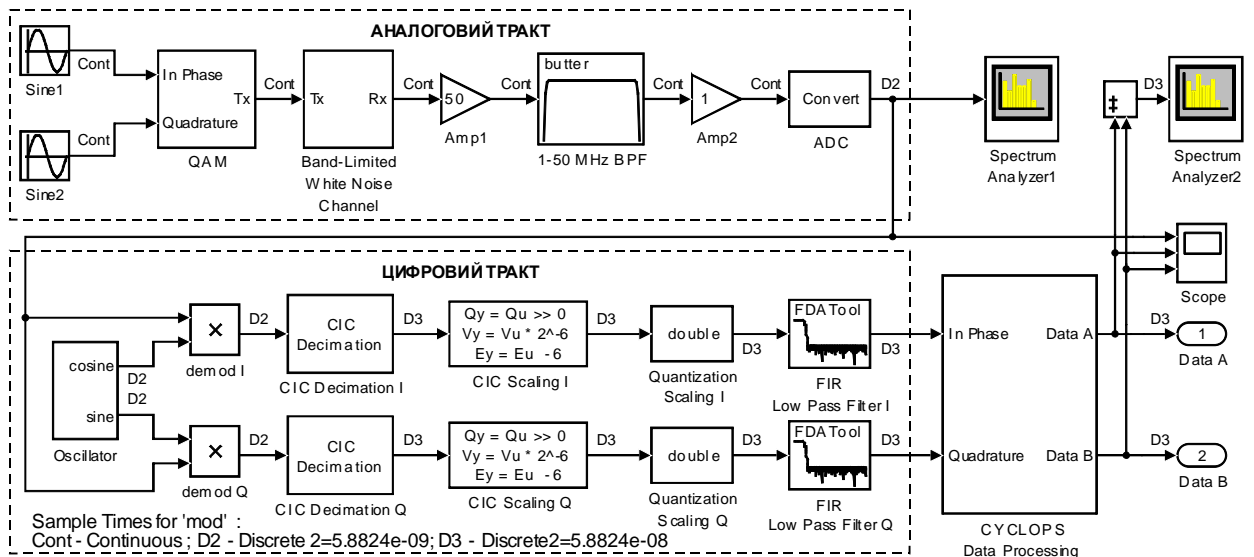


Рис. 2.10. Імітаційна модель запропонованого приймача спектрометра ЯКР

Принцип квадратурної модуляції полягає у множенні комплексної огинаючої  $z_m(t)$  на комплексну частоту  $\exp(j\omega_0 t)$ . Кінцеве рівняння для

синтезу радіосигналу має вигляд [105]:

$$s(t) = \operatorname{Re}[z(t)] = I(t)\cos(\omega_0 t) - Q(t)\sin(\omega_0 t). \quad (2.14)$$

Як видно з рис. 2.10, приймальний канал спектрометра складається з аналогового та цифрового трактів. Функціональними елементами аналогового каналу є модулі підсилення «Amp1», узгодження «Amp2» та смуговий фільтр «BPF». Останній слугує для пригнічення паразитних сигналів по за смугою робочих частот спектрометра. Зв'язною ланкою з цифровим трактом є блок «ADC», що моделює роботу 12-ти розрядного АЦП на частоті дискретизації 170 МГц.

В цифровому тракті приймача забезпечується виділення комплексної огинаючої радіосигналу  $z_m(t)$  шляхом перемноження радіосигналу (2.14) на  $\exp(-j\omega_0 t)$ , що забезпечує перенесення спектру в область нульових частот. Процес детектування призведе до утворення сигналу:

$$z_d(t) = s(t)\exp(-j\omega_0 t) = A(t) + jB(t),$$

з комплексними компонентами:

$$\begin{aligned} A(t) &= \frac{1}{2}I(t) + \frac{1}{2}I(t)\cos(2\omega_0 t) - \frac{1}{2}Q(t)\sin(2\omega_0 t), \\ B(t) &= \frac{1}{2}Q(t) - \frac{1}{2}Q(t)\cos(2\omega_0 t) - \frac{1}{2}I(t)\sin(2\omega_0 t). \end{aligned} \quad (2.15)$$

Процес цифрового оброблення демодульованих компонент (2.15) сигналу СВІ полягає у зниженні їх частоти дискретизації (децимації) та фільтрації від складових подвоєної частоти  $2\omega_0$ . Сигналам, отриманим з виходів помножувачів «demod» все ще притаманна висока частота дискретизації (170 МГц). Для побудови резонансних спектрів ЯКР з максимальною шириною спектрального діапазону  $\Omega$  рівною 1 МГц достатньо на порядок нижчого значення, тому в цифровому тракті РППК приймача застосовано 5-каскадні інтегрально-гребінчасті фільтри з нескінченною імпульсною характеристикою (НІХ) (модулі «СІС Decimation» на рис. 2.10), які забезпечують зниження частоти дискретизації до значення 17 МГц. Проте, в результаті роботи НІХ-фільтрів збільшується розрядність даних

вихідних сигналів за рахунок зниження їх смуги частот, тому в імітаційній моделі приймача введені модулі «Quantization Scaling» для штучного обмеження розрядності до 16 біт.

На жаль, НІХ-фільтри мають доволі круту АЧХ, яка спадає до 0 при наближенні до частоти дискретизації. Для компенсації кривизни АЧХ служать модулі «FIR Low Pass Filter», які являються нерекурсивними фільтрами з скінченною імпульсною характеристикою (СІХ). Це лінійні цифрові фільтри, основною особливістю яких є обмеженість у часі імпульсної характеристики. Застосування фільтрів даного типу обумовлене вимогою впевненого детектування сигналів СВІ при збудженні ЯКР точно сформованими імпульсними послідовностями з наперед заданими початковими фазами в широкому діапазоні частот, що потребує розроблення приймального тракту спектрометра з максимальною лінійністю його фазочастотної характеристики (ФЧХ).

На рис. 2.11 показано АЧХ НІХ та компенсаційного СІХ фільтрів, коефіцієнти яких розраховані в MATLAB FDATool. Вихідний сигнал та передавальну характеристику компенсаційного фільтра представляють залежності:

$$y(n) = \sum_{k=0}^{N-1} h(k)x(n-k),$$

$$H(z) = \sum_{k=0}^{N-1} h(k)z^{-k},$$

де  $x(n)$  – вхідний вплив,  $h(k)$  – коефіцієнти імпульсної характеристики,  $N$  – кількість коефіцієнтів фільтра.

В результаті комп'ютерної параметричної ідентифікації інформаційних перетворень в аналогово-цифрових трактах запропонованого РППК приймача для імпульсного спектрометра ЯКР отримано осцилограми напруг (рис. 2.12) та спектральні характеристики (рис. 2.13) квадратурних компонент демодульованого сигналу СВІ.

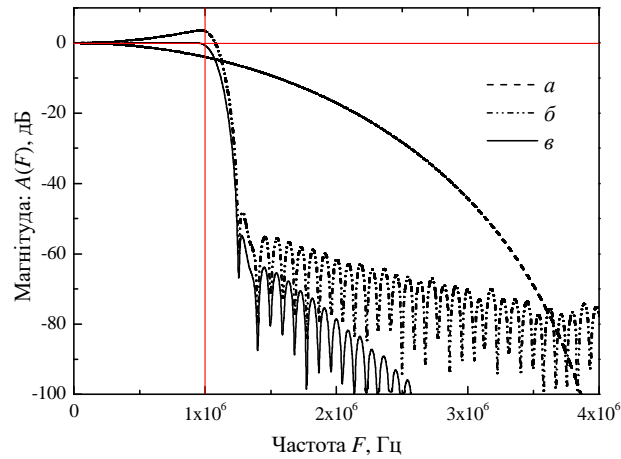


Рис. 2.11. Результати моделювання АЧХ цифрових фільтрів:  
(а) – НІХ, (б) – компенсаційний СІХ, (в) – сумарна характеристика

Високу ефективність цифрового квадратурного детектування із застосуванням технології прямого оцифрування сигналу підтверджує також низький вміст компонент подвоєної частоти в спектрі вихідного сигналу приймача. Зокрема, при частоті дискретизації 17 МГц та частоті зрізу компенсаційного ФНЧ 1 МГц рівень бічних позасмугових випромінювань в ефективній смузі пропускання РППК приймача складає не більше -100 дБ.

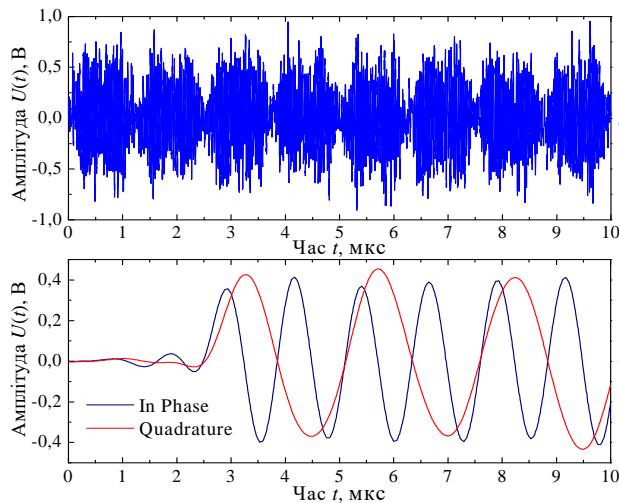


Рис. 2.12. Осцилограми напруг в трактах запропонованого приймача: модульоване коливання (а), демодульовані компоненти КАМ сигналу (б)

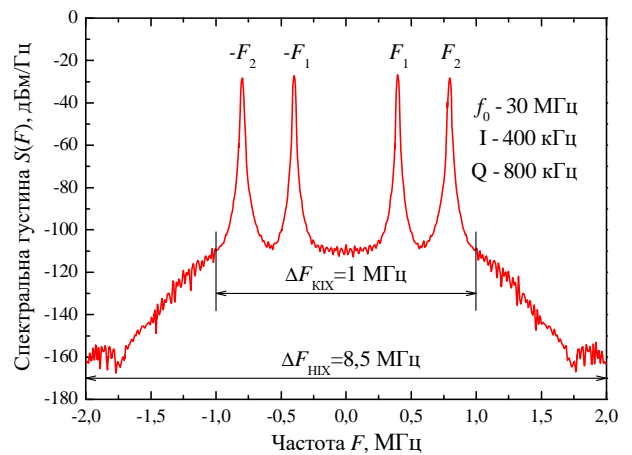


Рис. 2.13. Енергетичний спектр демодульованого сигналу. Піки  $F_1(-F_1)$  і  $F_2(-F_2)$  відображають інформаційні компоненти КАМ сигналу

Квадратурні відбивання можна ще суттєвіше зменшити, додатково застосувавши принцип фазових циклів в ЯКР [94, 106]. Після виділення квадратурних компонент сигналу СВІ отримані цифрові дані заносяться в дві різні області оперативної пам'яті, які позначимо А і В (рис. 2.14,а). Якщо, з метою компенсації відмінностей каналів приймача, застосувати усереднення сигналів отриманих з їх виходів, то кожен канал буде давати однаковий вклад, як в дані області А, так і в дані області В. При цьому в А можна записувати лише дані з фазою  $0^\circ$ , а в В – лише з фазою  $90^\circ$ . Тому при зміні каналів ми повинні змінювати і фази сигналів, що проходять через них. Для того, щоб не змінюючи апаратних режимів роботи приймача, поміняти місцями виведення даних в області А і В і в той же час змістити фазу сигналів на  $90^\circ$  необхідно змістивши фазу імпульсу збудження ЯКР на  $90^\circ$ . Це дозволить поміняти місцями сигнали поглинання і дисперсії саме так, як нам потрібно. В такому випадку відбувається зміна знаку одного із сигналів, тому його потрібно додатково помножити на -1 (рис. 2.14,б). Тепер потрібно застосувати усереднення отриманих цифрових даних. В результаті виконання зазначених вище операцій отримаємо двокроковий фазовий цикл, який при різних проходженнях змінює фазу передавача з  $0^\circ$  на  $90^\circ$  і одночасно перепризначає області пам'яті А і В для розміщення даних.

В результаті апаратних дефектів та зовнішніх наведень в приймачі імпульсного спектрометра ЯКР можуть виникати помилкові сигнали, фаза яких не залежить від фази імпульсу. Для їх знищення можна змістити фазу передавача на  $180^\circ$ , замінивши при цьому додавання поточних даних А і В на віднімання (рис. 2.14,в). Поєднавши цю процедуру з кожним із проходжень попереднього циклу, ми отримаємо чотирикроковий цикл CYCLOPS (CYCLically Ordered PhaSe cycle), який зараз використовується в якості стандартного на всіх спектрометрах ЯМР, оснащених квадратурних детектором [107]. При визначенні фазового циклу прийнято позначати різні режими приймача. Значення його фази,  $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $180^\circ$  і  $270^\circ$  відповідають осям x, y, -x, -y на рис. 2.14.

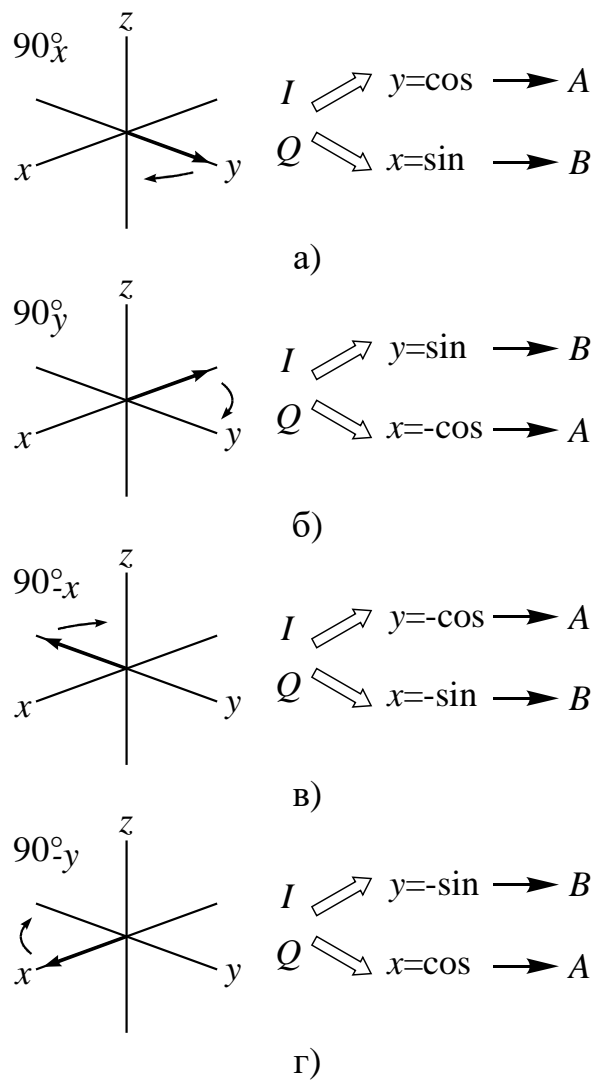


Рис. 2.14. Принцип реалізації циклу CYCLOPS для пригнічення квадратурних відбивань

Алгоритм описаного вище чотирикрокового циклу реалізовано у вигляді окремого функціонального Simulink модуля «CYCLOPS Data Processing», який інтегрований в зображену на рис. 2.10 імітаційну модель РППК приймача імпульсного спектрометра ЯКР. Принцип реалізації запропонованої моделі на основі бібліотек DSP System Toolbox та Fdatool уможлиблює її ефективну імплементацію на основі програмованих логікових інтегральних схем. В даному випадку ефективними є ПЛІС фірм Intel (Altera) чи Xilinx, оскільки системи автоматизованого проектування їх конфігураційних структур підтримують тісну інтеграцію з MATLAB.

## 2.4. Дослідження процесів ідентифікації багатокomпонентних спектрів ЯКР при синусоїдальному та шумовому збудженні резонансу

Комп'ютерне моделювання сигнальних перетворень в приймально-передавальному тракті імпульсного спектрометра ЯКР проводилось на основі запропонованої в п. 2.1 імітаційної моделі (рис. 2.2) з інтегрованою ЯКР-підсистемою (рис. 2.3). Умовою коректного проведення експерименту, що визначає точність чисельного розрахунку та критерії представлення неперервних сигналів сукупністю їх дискретних відліків є правильний вибір вихідних даних віртуального експерименту. Моделювання проведено в програмному середовищі MATLAB Simulink на робочій станції, що містить мікропроцесор Core2Quad з тактовою частотою 2,66 ГГц та 4 ГБ оперативної пам'яті типу DDR2. Для виконання поставленої задачі дослідження моделювання проводилось з наступними умовами:

- тестовий сигнал – синусоїдальний, зважений білий шум;
- діапазон робочих частот спектрометра – 1–50 МГц;
- частота дискретизації сигналів в MATLAB – 1 Гс/с.

Для зниження обчислювального навантаження на Simulink та комп'ютер, структуру спектрометра дещо спрощено (вилучено блоки автоматичного регулювання підсилення та АЦП, що в загальному не призвело до зниження інформативності отриманих результатів.

Для перевірки достовірності результатів моделювання сигнальних перетворень в імпульсному ЯКР-спектрометрі вибраний монокристал селеніду індію, в якому спостерігаються складні широкосмугові спектри ЯКР  $^{115}\text{In}$  добре вивчені експериментально [108, 109]. Селенід індію належить до шаруватих напівпровідникових матеріалів, кристалічна структура якого формується таким чином, що в межах основного шару хімічні зв'язки мають, в основному, ковалентний характер, а між шарами – ван-дер-ваальсовий. Завдяки цьому в  $\text{InSe}$  формуються моноатомні шари  $\text{Se-In-In-Se}$  з аксіально-симетричним градієнтом електричного поля в напрямі  $\text{In-In}$ . Оскільки  $^{115}\text{In}$  має спин  $I = 9/2$ , то згідно з правилами відбору існують чотири резонансних



переходи:  $\pm 1/2 \leftrightarrow \pm 3/2$ ;  $\pm 3/2 \leftrightarrow \pm 5/2$ ;  $\pm 5/2 \leftrightarrow \pm 7/2$ ;  $\pm 7/2 \leftrightarrow \pm 9/2$ .

Моделювання проведено для одного спінового переходу  $\pm 3/2 \leftrightarrow \pm 5/2$ , відповідна якому частота ЯКР може бути знайдена з виразу [51]:

$$\nu = \frac{2}{24} e Q q_{zz} (1 + 1,3381\eta^2 - 11,724\eta^4),$$

де  $e$  – заряд електрона,  $Q$  – квадрупольний момент ядра,  $q$  – градієнт електричного поля в напрямку вісі  $c$  і  $\eta$  – параметр асиметрії градієнта електричного поля.

Збудження ЯКР забезпечувалось імпульсом зондування тривалістю  $\tau = 10$  мкс та потужністю  $P = 1000$  Вт. Частота заповнення зондуючого імпульсу встановлена 20 МГц. Час симуляції склав близько 2 хв.

На рис. 2.15 показано сигнал відгуку ЯКР, що реєструвався на вході приймального тракту. Відношення сигнал/шум для вхідного сигналу СВІ склало менше 20 дБ. Цифрове оброблення сигналу в такому вигляді призведе до неоптимального використання розрядності та швидкісних характеристик АЦП системи збору даних ЯКР.

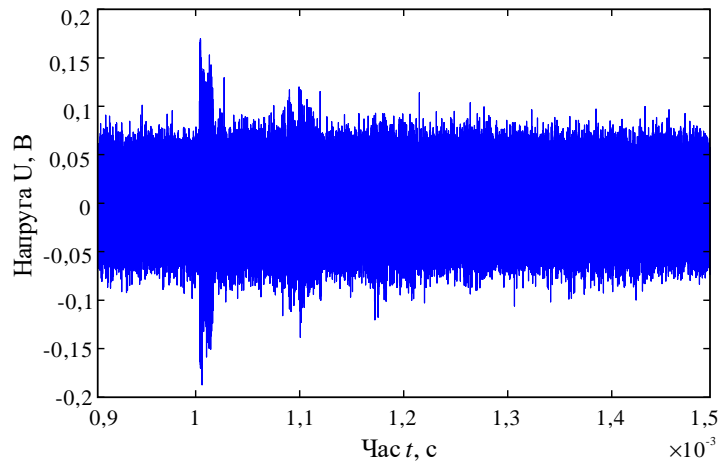


Рис. 2.15. Сигнал СВІ  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  на вході приймача імпульсного радіоспектрометра

На рис. 2.16,а показано сигнал СВІ після квадратурного детектування і фільтрації, а на рис. 2.16,б – амплітудний спектр, отриманий після швидкого перетворення Фур'є (ШПФ) сигналу СВІ. Мультиплетність ЯКР призводить

до складної форми биття в спаді ядерної індукції. Перенесення спектру в низькочастотну область дозволило здійснити ефективніше оброблення резонансних сигналів. Із співставлення осцилограм рис. 2.15 і рис. 2.16,а видно, що відношення с/ш суттєво зросло.

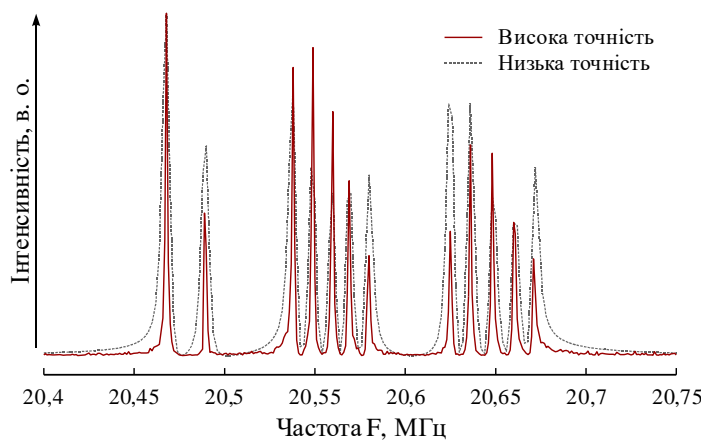
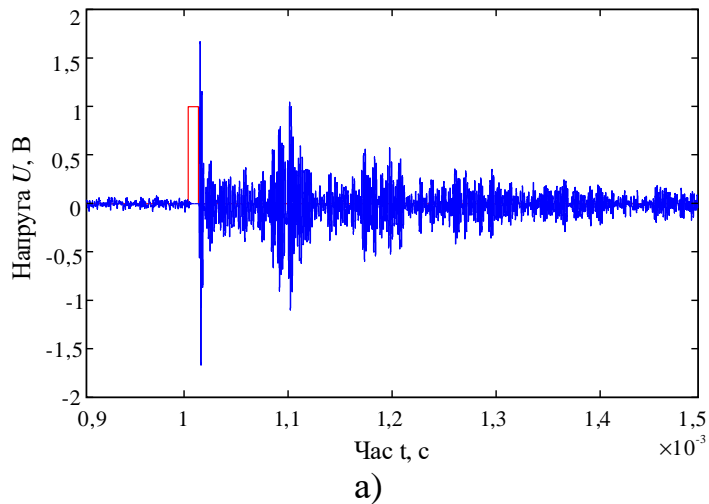


Рис. 2.16. Сигнал ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  на виході приймального тракту імпульсного радіоспектрометра: СВІ виділений з шуму після квадратурного детектування і фільтрації (а); спектр ЯКР, одержаний з використанням ШПФ сигналу СВІ (б).

Оскільки частота сигналу ЯКР залежить від величини градієнта електричного поля, то часто точне її значення, а відповідно і потрібної частоти заповнення зондуючого імпульсу, невідомо. Далі запропоновано застосовувати зондуючі імпульси із шумовим заповненням для попереднього

виявлення очікуваного діапазону резонансних частот. Відомо, що шумові сигнали характеризуються випадковою функцією часу. У випадку коли спектральна густина шумової напруги  $e(\omega)$  чи струму  $i(\omega)$  не залежать від частоти, розподіл спектральної густини потужності рівномірний в діапазоні частот і сигнали з рівномірним розподілом можна ефективно застосовувати для пошуку резонансу на «невідомих» частотах.

При збудженні резонансної системи шумовим сигналом неможливо передбачити, яку саме реалізацію отримаємо при даному конкретному експерименті а відповідно і неможливо зареєструвати сигнал відгуку з певною ймовірністю його існування. Отже, для проведення такого дослідження необхідно забезпечити збереження статистичних характеристик властивих випадковому процесові з рівномірним розподілом і провести нескінченно велику кількість експериментів.

Для підтвердження ефективності шумового збудження ЯКР проведено комп'ютерне моделювання цього процесу в програмному середовищі MATLAB Simulink із використанням методів цифрового накопичення і усереднення отриманих результатів. Умови експерименту аналогічні попередньому за виключенням джерела опорного сигналу ( $I$ ). Оскільки в якості останнього вибраний генератор шуму, виникають труднощі пов'язані із формуванням частоти опорного сигналу для детектора приймального тракту. Як видно з рис. 2.17,а, при шумовому збудженні ЯКР в кожному наступному експерименті отримаємо відмінні реалізації сигналу СВІ. Проте, при застосуванні цифрового накопичення і усереднення отриманих даних, взаємна кореляція між сусідніми ітераціями зростає (рис. 2.17,б). Про це також свідчать результати статистичного кореляційного аналізу представлені на рис. 2.18. В даному випадку, починаючи з 50-ї ітерації застосовано цифрове усереднення даних і вже майже через 10 ітерацій коефіцієнт кореляції стрімко зростає, досягаючи значень 0,8 – 0,92.

Алгоритм запропонованого експрес-методу відображається послідовністю наступних операцій:

- 1) збудження резонуючого ядра 1-м зондуєчим імпульсом з шумовим заповненням;
- 2) реєстрація сигналу СВІ;
- 3) збудження резонуючого ядра  $N$ -м зондуєчим імпульсом;
- 4) усереднення даних від  $N$  ітерацій;
- 5) обчислення коефіцієнту кореляції Пірсона  $r$  між усередненими сигналами за  $N - 1$  та  $N$  ітерацій;
- 6) у випадку, якщо  $r \geq 0.75$  – припинення дії імпульсів збудження і застосування ШПФ до отриманого результату усереднення;
- 7) математична обробка результуючого спектру ЯКР з метою визначення його ширини  $2\Delta\omega_s$ , центральної частоти  $\omega_s$  та інших параметрів необхідних для налаштування режимів функціональних блоків спектрометра;
- 8) автоматичне встановлення синтезатором частоти ( $\omega_0 = \omega_s$ ) опорного сигналу для детектора приймача спектрометра;
- 9) збудження резонуючого ядра зондуєчим імпульсом з частотою  $\omega_s$ ;
- 10) більш точна реєстрація сигналу ЯКР шляхом квадратурного детектування з перенесенням спектру в низькочастотну область.

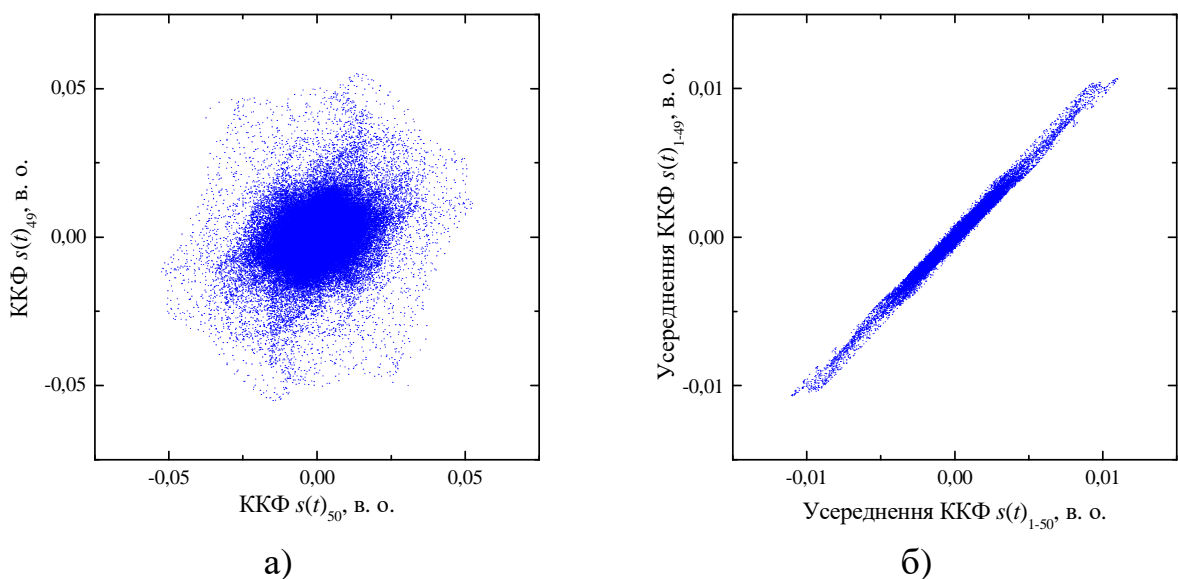


Рис. 2.17. Діаграми розсіювання для сигналу СВІ: між 49-ю і 50-ю ітерацією без усереднення (а) та між усередненими сигналами за 1–49 і 1–50 ітерацій (б)

На рис. 2.19 показані результати моделювання збудження резонансу серією шумових імпульсів у вигляді спектрограми ЯКР  $^{115}\text{In}$  та її площинних перерізів. В інтервалі часу  $t_1 - t_2 = 6$  мс застосовувалось шумове збудження без усереднення отриманих результатів. Починаючи з моменту часу  $t_2$  застосовано цифрове усереднення накопичених результатів дослідження.

Розріз спектрограми в часовій площині (рис. 2.19,а) відображає зміну спектральної густини потужності окремої лінії « $\alpha$ » змінного в часі мультиплетного спектру ЯКР. На дискретність характеристики впливає кількість експериментів  $N$ , у даному випадку  $N = 40$ . При досягненні деякого часу  $t_3 \approx 9$  мс в результаті усереднення розкид спектральної густини потужності, що відповідає лінії « $\alpha$ » зменшується до необхідного рівня, що уможлиблює попередню ідентифікацію частоти резонансу. Аналогічна картина спостерігається для інших ліній мультиплетного спектру. Розріз спектрограми в частотній площині вздовж лінії « $L$ » (рис. 2.19,б) візуалізує спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  розташування якого відповідає моменту часу  $t_4 = 18$  мс. Час симуляції експерименту з шумового збудження ЯКР загальною тривалістю 0,02 с склав  $\sim 72$  хв.

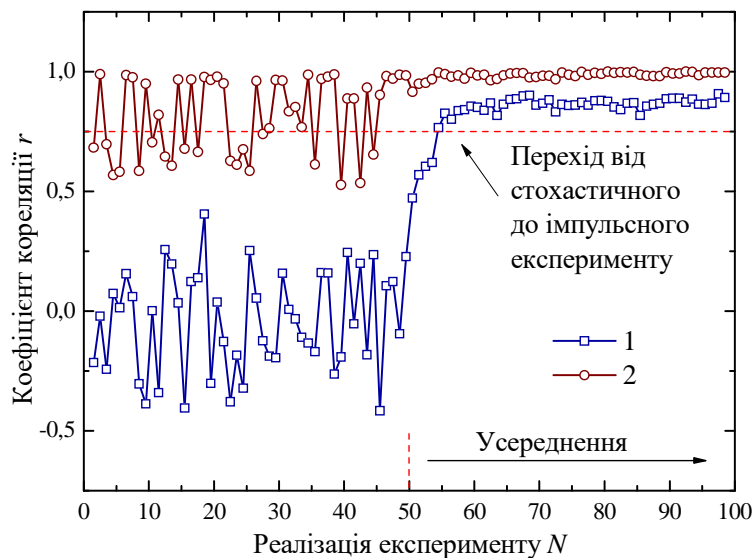


Рис. 2.18. Результати статистичного кореляційного аналізу:  
для сигналів СВІ (1) та для спектрів ЯКР (2)

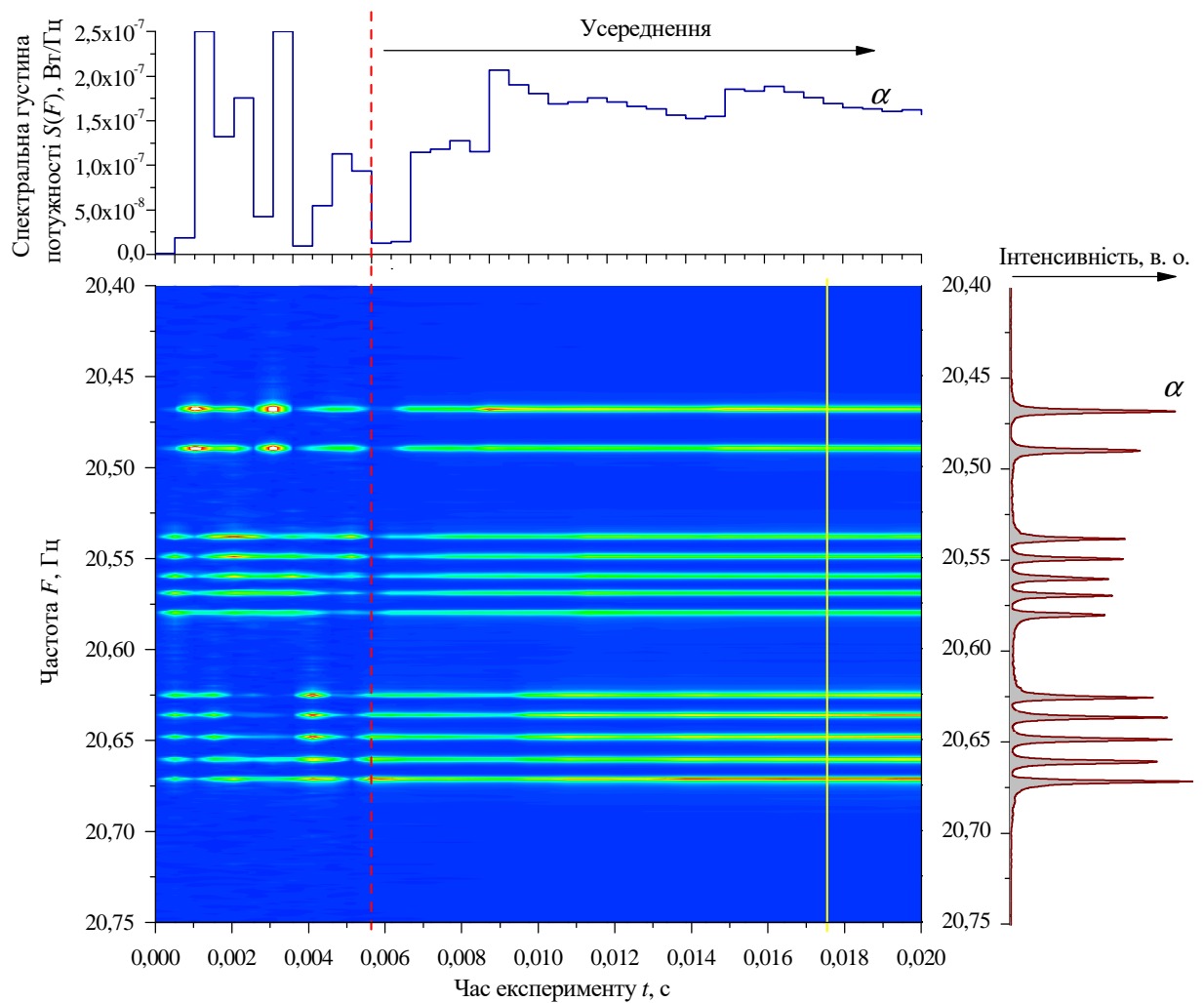


Рис. 2.19. Спектрограма ЯКР  $^{115}\text{In}$ , отримана при збудженні резонансу імпульсами зондування з шумовим заповненням

## 2.5. Моделювання топології магнітного поля в приймально-передавальній котушці спектрометра ЯКР

Співвідношення сигнал/шум (ССШ) на виході спектрометра визначається коефіцієнтом шуму вхідного каскаду радіоспектрометра і, насамперед, якістю приймальної котушки або резонатора. Для аналітичної оцінки ССШ спектрометрів, які працюють у метровому радіодіапазоні, можна застосувати формулу [110]:

$$\text{ССШ} = \frac{1}{8} \cdot \left( \frac{\omega_0^3 \cdot \eta \cdot Q \cdot V_s}{2 \cdot \mu_0 \cdot k \cdot T \cdot F \cdot b_R} \cdot \frac{T_2}{T_1} \right)^{1/2} \cdot \frac{\chi_0}{\gamma}, \quad (2.16)$$

де  $\eta$  – коефіцієнт заповнення;  $Q$  – добротність резонансного контуру;

$V_S$  – об’єм зразка;  $T_1$  і  $T_2$  – часи ядерної спін-гратчатої та спін-спінової релаксацій;  $\mu_0$  – магнітна проникливість середовища;  $k$  – постійна Больцмана;  $T$  – абсолютна температура;  $F$  – коефіцієнт шуму попереднього підсилювача;  $b_R$  – ширина смуги пропускання підсилювального тракту радіоспектрометра;  $\chi_0$  – магнітна сприйнятливність досліджуваної речовини;  $\gamma$  – гіромагнітне відношення для резонуючих ядер.

З формули (2.16) видно, що при всіх інших умовах при формуванні ССШ основну роль відіграє фактор якості приймальної котушки  $\eta Q$ . Збільшити добротність котушки можна шляхом оптимального поєднання конструктивних особливостей: числа витків, якості дроту, конфігурації форми, індуктивності для заданої частоти та ін.

Параметр  $\eta$  залежить від об’єму котушки, заповненого речовиною. Насправді він залежить ще і від однорідності поля, в якому знаходиться зразок. Тому вводять деяке ефективне значення  $\eta'$ , яке залежить від розподілу високочастотного поля у зразку, що заповнює котушку. Це особливо важливо при імпульсному детектуванні сигналу резонансу, де максимальна інтенсивність сигналу відгуку в значній мірі залежить від напруженості високочастотного поля в котушці ( $\mathbf{H}_1$ ) під час дії імпульсу тривалістю  $t_i$  і досягається при умові:

$$\gamma \mathbf{H}_1 t_i = \pi / 2,$$

де  $\pi/2$  – кут повороту ядерних спінів. В порошкоподібних зразках для ЯКР такий кут може складати  $0,66 \pi$ . При наявності градієнта напруженості високочастотного поля в межах зразка в процесі формування сигналу відгуку спостерігається «розпливання» сумарного вектора намагніченості спінів, що приводить до розширення сигналу резонансу і зниження амплітуди його інтенсивності. Підвищення однорідності високочастотного поля особливо важливе при детектуванні слабких сигналів, які спостерігаються при дослідженні речовин з малою природною поширеністю магнітоактивних ядер. При неоднорідному високочастотному полі повне заповнення котушки

досліджуваною речовиною не призводить до очікуваного підсилення сигналу згідно формулі (2.16). Тому при виборі конфігурації котушки і її виготовленні чинник якості  $\eta Q$  з урахуванням однорідності поля грає вирішальне значення в забезпеченні оптимальних умов отримання сигналу резонансу.

Топологія напруженості високочастотного поля в соленоїдальній котушці давача радіоспектрометра розглядалась в [111]. Для забезпечення обмеженої зони сканування досліджуваного зразка та більш ефективної взаємодії радіочастотного поля з кристалом для збудження і прийому сигналу спінової індукції доцільно застосовувати приймально-передавальну котушку спектрометра сідлоподібної форми (рис. 2.20), в якій вектор високочастотного поля  $\mathbf{H}_1$  спрямований нормально до напрямку росту кристалу. Необхідність застосування одновиткової котушки обумовлене типом досліджуваних зразків. А саме, частотою ядерного квадрупольного резонансу для інструментально зручних спінових переходів шаруватих напівпровідникових кристалів InSe вирощених методом Бріджмена. Для даних сполук характерні складні мультиплетні спектри ЯКР, які вивчені багатовитковими (5-10 витків) соленоїдальними котушками на частотах до 20 МГц. Сідлоподібну котушку планується застосувати для вивчення якості шаруватої структури шляхом зонного сканування всього об'єму досліджуваного зразка на частотах 30-40 МГц. Для налаштування спектрометра ЯКР в даному діапазоні необхідна котушка резонансного контуру з малою індуктивністю. Відношення сигнал/шум для радіочастотної котушки можна представити виразом [112]:

$$СШ \approx \frac{\mathbf{H}_1 V \sqrt{Q} \mathbf{H}_0^{3/2}}{\sqrt{\Delta \omega}},$$

де  $\mathbf{H}_1$  – напруженість магнітного поля, створюваного приймальною котушкою при одиничному струмі в ній;  $V$  – збуджуваний об'єм зразка;  $Q$  – добротність радіочастотної системи;  $\mathbf{H}_0$  – напруженість поляризованого магнітного поля;



$\Delta\omega$  – смуга частот.

Величина  $H_1$  визначає чутливість котушки. Тому необхідно максимально збільшувати відносний робочий об'єм котушок з тим, щоб їх провідники перебували якомога ближче до досліджуваного об'єкта. Допустима неоднорідність поля для реєстрації ЯКР з мінімальними спотвореннями резонансних спектрів повинна складати 10 – 15 % [113, 114].

Для визначення карти магнітного поля необхідно провести синтез і створити польову модель котушки. Однією із перших задач при створенні польової моделі є визначення геометрії моделі. Для найбільш повного представлення з урахуванням геометричних особливостей реальної форми котушки сідлоподібної форми розроблено її тривимірну модель (рис. 2.20).

При розробленні даної моделі враховані рекомендації, щодо геометрії сідлоподібних котушок приведені в роботі [113]. Сумарна поперечна складова напруженості поля радіочастотної котушки визначається полем чотирьох лінійних і чотирьох дугових провідників:

$$\mathbf{B}_S = 4(\mathbf{B}_{YL} + \mathbf{B}_{YA}).$$

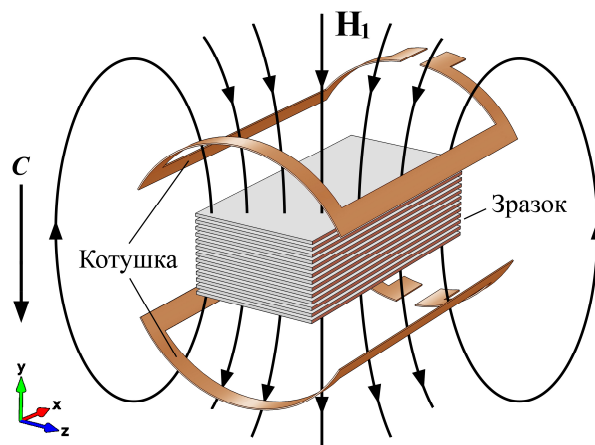


Рис. 2.20. Конфігурація приймально-передавальної котушки сідлоподібної форми та розміщення кристалічного шаруватого напівпровідника в ній

Поперечна складова поля лінійного провідника нескінченної довжини, розташованого в координатах  $y_0, z_0$ , в точці  $y, z$  визначається виразом:

$$\mathbf{H}_{yL} = \frac{\mu_0 I (z - z_0)}{2\pi \left[ (y - y_0)^2 + (z - z_0)^2 \right]}.$$

Складова напруженості поля робочого провідника з координатами початку  $x_1 y_0 z_0$  і кінця  $x_2 y_0 z_0$  визначається виразом:

$$\mathbf{H}_{yL} = \frac{\mu_0 I (z - z_0)}{4\pi r^2} \left( \frac{x_1 - x}{\sqrt{r^2 + (x_1 - x)^2}} - \frac{x_2 - x}{\sqrt{r^2 + (x_2 - x)^2}} \right). \quad (2.17)$$

Поперечна складова напруженості магнітного поля дугового провідника котушки рівна:

$$\mathbf{H}_{yA} = \frac{\mu_0 I}{4\pi} \int_0^\phi \frac{r_0 (x_1 - x) \cos \phi_0}{\left[ r^2 + r_0^2 - 2rr_0 \cos(\phi_0 - \phi) + (x_1 - x)^2 \right]^{3/2}} d\phi_0. \quad (2.18)$$

Для підвищення однорідності поля  $\mathbf{H}_y$ , оптимальне значення  $\Delta x$  і кутових розмірів дуг котушки можна визначити, компенсуючи другі похідні виразів для напруженості магнітного поля лінійних провідників (2.17) і дуг (2.18) з метою усунення відповідних членів розкладів цих виразів в степеневий ряд [113]. Оптимальне значення кутового розміру дугових ділянок:

$$\phi = 2 \arctg \left( \frac{y_0}{z_0} \right) = 120^\circ. \quad (2.19)$$

Виходячи з умови максимальної неоднорідності складової  $\mathbf{B}_{yA}$  поля лінійних провідників, їх довжина рівна:

$$\Delta x = 2(1,26r_0). \quad (2.20)$$

Для розрахунку тривимірних карт полів широке застосування отримали комп'ютерні програми на основі методу кінцевих елементів, такі як ANSYS, COMSOL, ELCUT. Стримуючим фактором широкого застосування об'ємного моделювання є відсутність чіткого теоретичного обґрунтування постановок задач чисельного розрахунку електромагнітного поля, які в деяких випадках виходять за рамки класичної теорії електромагнітного поля. У першу чергу, це стосується формулювань задач розрахунку електромагнітного поля

відносно векторного магнітного та скалярного електричного потенціалів [115].

Аналіз топології магнітного поля сідлоподібної котушки проведено у середовищі COMSOL Multiphysics V 4.4, що надає широкі можливості в області моделювання електромагнітних, теплових, механічних, акустичних та інших полів [116]. Задача розрахунку магнітного поля формулювалася відносно векторного магнітного потенціалу  $\mathbf{A}$  [117]. Враховуючи вихідні геометричні розміри досліджуваних зразків та співвідношення (2.19) і (2.20) було створено розрахункову область, що являється моделлю фізичної конструкції сідлоподібної котушки, для якої проводиться числове моделювання. Модель описує систему котушки з такими параметрами: радіус  $r_0=20$  мм, довжина  $\Delta x=25,2$  мм, кут розкриву дугових ділянок  $\varphi=120^\circ$  (рис. 2.21). В якості матеріалу провідників котушки вибрано мідь з електричною провідністю  $\sigma= 5,998 \cdot 10^{-7}$  См/м та відносною магнітною проникністю  $\mu_r= 0,99999$ .

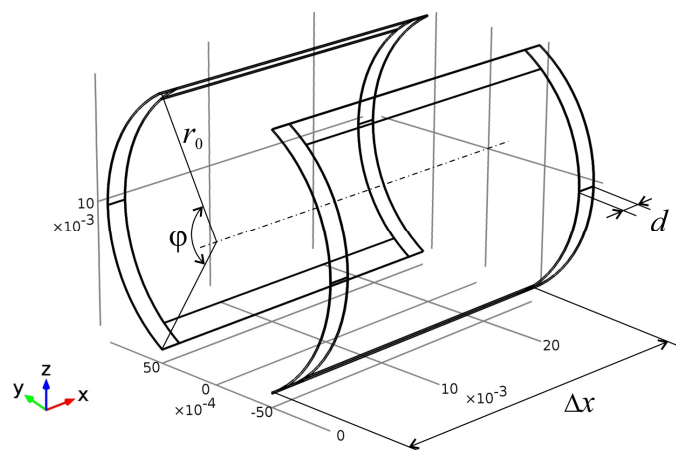


Рис. 2.21. Об'ємне зображення геометричної моделі сідлоподібної котушки в середовищі COMSOL

При розробленні даної моделі приймалися наступні припущення. Оскільки котушку планується виготовити за планарною технологією, шляхом витравлювання плоских мідних витків на поверхні тонкого текстоліту, обмотку вважаємо одновитковою виконаною провідником з поперечним

перерізом  $1 \cdot 10^{-4} \times 1,6 \cdot 10^{-3}$  м. Для спрощення аналізу витки котушки представлено у вигляді замкнутих периметрів у яких протікає постійний струм та виключено вплив під'єднаних провідників. Напрямок протікання струму  $I_{coil}$  моделюється вздовж встановлених для кожного витка котушки границь «*reference edge*». Область моделювання магнітного поля обмежена повітряною сферою з електричною провідністю  $\sigma=0$  См/м та відносною магнітною проникністю  $\mu_r=1$ . Радіус сфери –  $R=3 \cdot 10^{-2}$  м, температура та тиск повітря прийнято  $T=293,15$  К та  $P=1$  атм, відповідно. На зовнішній границі розрахункової області граничні умови задавались умовою Діріхле представленою в диференційному вигляді. Це дозволило знехтувати потоками розсіювання, що замикаються через повітряний проміжок на зовнішній границі розрахункової області шляхом задавання умови магнітної ізоляції (*Magnetic isolation*), яка за замовчуванням в COMSOL Multiphysics має вигляд  $\mathbf{n} \times \mathbf{A} = 0$ .

Розрахунок топології магнітного поля здійснено в модулі *Magnetic Fields (mf)*. В результаті тріангуляції розрахункової області створена сітка кінцевих елементів із згущеннями в області поля з максимальними градієнтами (рис. 2.22). Крок сітки вибрано оптимальним із врахуванням того, що його збільшення призводить до погіршення точності моделювання, а зменшення – до погрешностей унаслідок округлення чисел в ЕОМ. Крім того встановлення мінімального кроку сітки вимагає суттєвих затрат апаратних обчислюваних ресурсів.

В COMSOL Multiphysics карту статичних магнітних полів можна розрахувати шляхом розв'язування магнітостатичного рівняння отриманого із закону Ампера для статичних випадків

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J},$$

де  $\nabla$  – диференційний оператор Гамільтона,  $\mathbf{H}$  – напруженість магнітного поля,  $\mathbf{J}$  – амплітуда повної густини струму.

Співвідношення між напруженістю магнітного поля  $\mathbf{H}$  та густиною магнітного потоку (індукцією)  $\mathbf{B}$  представляють залежності:

$$\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{A};$$

$$\mathbf{H} = \mu_0^{-1} \mu_r^{-1} \mathbf{B}.$$

Враховуючи величину відносної магнітної проникності для міді та визначення векторного потенціалу магнітного поля  $\mathbf{A}$  запишемо результуюче диференційне рівняння магнітостатики у вигляді модифікованого закону Ампера:

$$\nabla \times (\mu_0^{-1} \mu_r^{-1} \nabla \times \mathbf{A}) - \sigma \nu \times (\nabla \times \mathbf{A}) = \mathbf{J}_e,$$

де  $\mu_0$  – магнітна проникність вакууму,  $\mu_r$  – відносна магнітна проникність міді,  $\sigma$  – питома електропровідність,  $\nu$  – швидкість руху,  $\mathbf{J}_e$  – амплітуда зовнішньої густини струму.

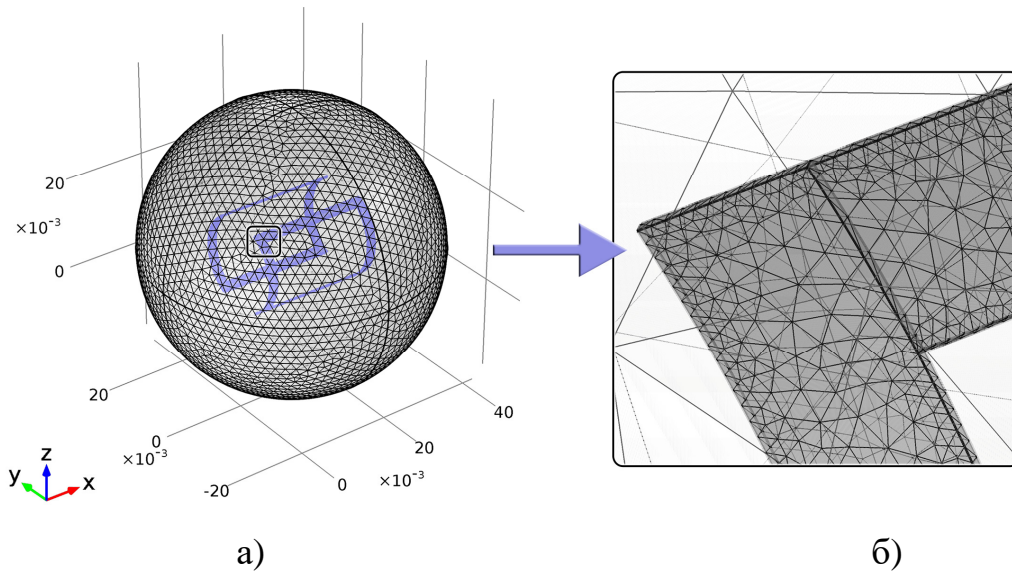


Рис. 2.22. Сітка кінцевих елементів отримана унаслідок тріангуляції розрахункової області: загальний вид (а), деталізоване представлення фрагменту котушки (б)

Значення зовнішньої густини струму визначаються тільки в зонах моделі, що представляють сідлоподібну котушку індуктивності та визначається через протікаючий в її периметрі струм:

$$\mathbf{J}_e = \frac{\mathbf{I}_{coil}}{S},$$

де  $\mathbf{I}_{coil}$  – заданий струм та  $S$  – площа поперечного перерізу периметру

катушки.

Оброблення результатів чисельного моделювання проведена вбудованими засобами COMSOL з допомогою об'єктів і опцій пункту «Results». В цьому пункті автоматично створюються об'єкти необхідні для графічного представлення результатів після завершення розрахунку, у вікні «Graphics» відображається графічне представлення результатів чисельного моделювання. Параметрами відображення задавались в залежності від представлення графічних результатів.

Результат моделювання топології поля в сідлоподібній катушці при протіканні постійного струму  $I_{coil} = 10$  А показаний на рис. 2.23 у вигляді силових ліній магнітного поля (ліній рівного магнітного потенціалу). При моделюванні враховані граничні умови, що описують розподіл магнітного поля на межах розрахункової області.

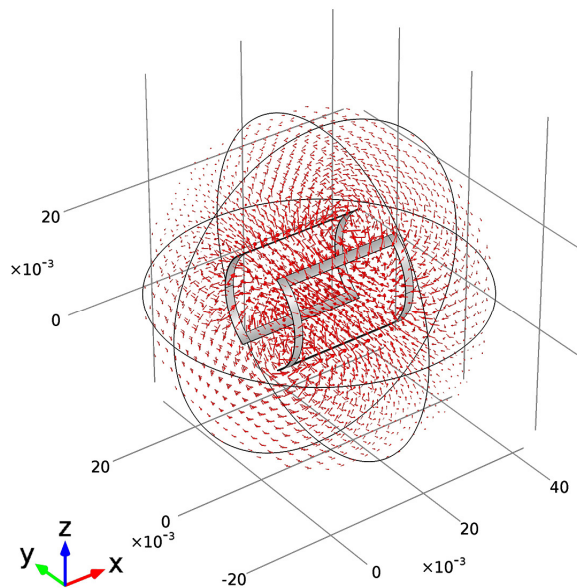


Рис. 2.23. Силові лінії магнітного поля в розрахунковій області сідлоподібної катушки

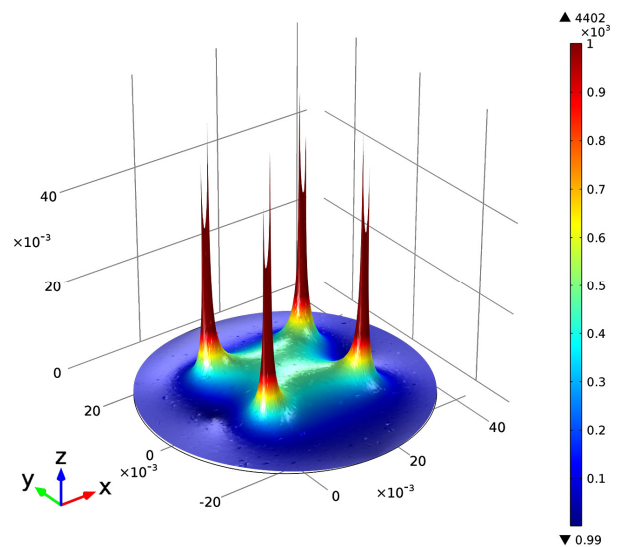


Рис. 2.24. Тривимірна топологія напруженості магнітного поля в площині XY сідлоподібної катушки

Тривимірна топологія напруженості магнітного поля в площині XY представлена на рис. 2.24. З даного рисунка видно, що в робочій зоні

досліджуваної котушки спостерігається зона з рівномірним розподілом поля і для більш детального вивчення її геометрії необхідно провести обробку результатів для окремих перерізів розрахункової області.

Деталізовані результати моделювання представлені двовірними картами поля в площинах перерізу  $ZX$ ,  $XU$ ,  $YU$ , та вздовж геометричних вісей  $x$ ,  $y$ ,  $z$  (рис. 2.25 – рис. 2.27).

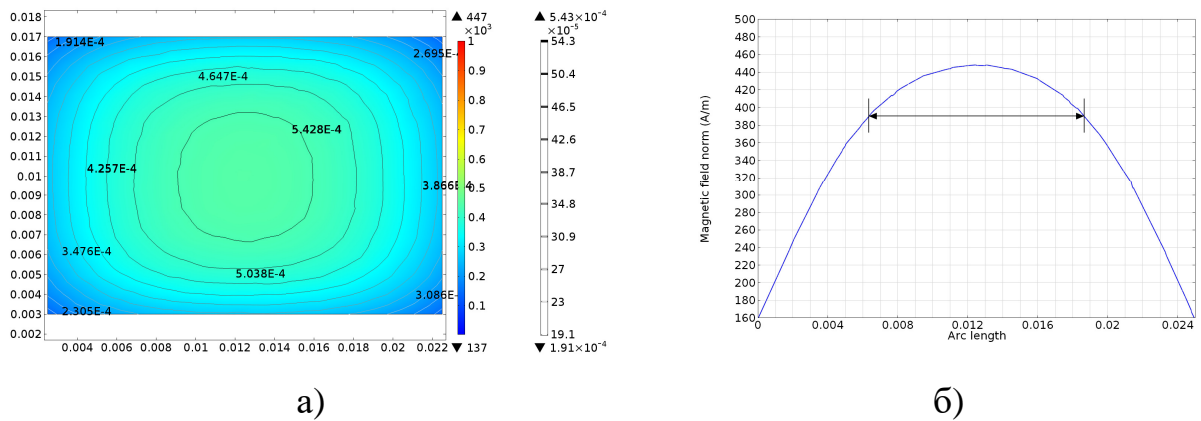


Рис. 2.25. Топологія магнітного поля в робочій зоні площини  $ZX$  сідлоподібної котушки: розподіл напруженості (градієнтне поле) та індукції (контурні лінії) магнітного поля в площині  $ZX$  – (а), напруженість поля вздовж вісі  $x$  – (б)

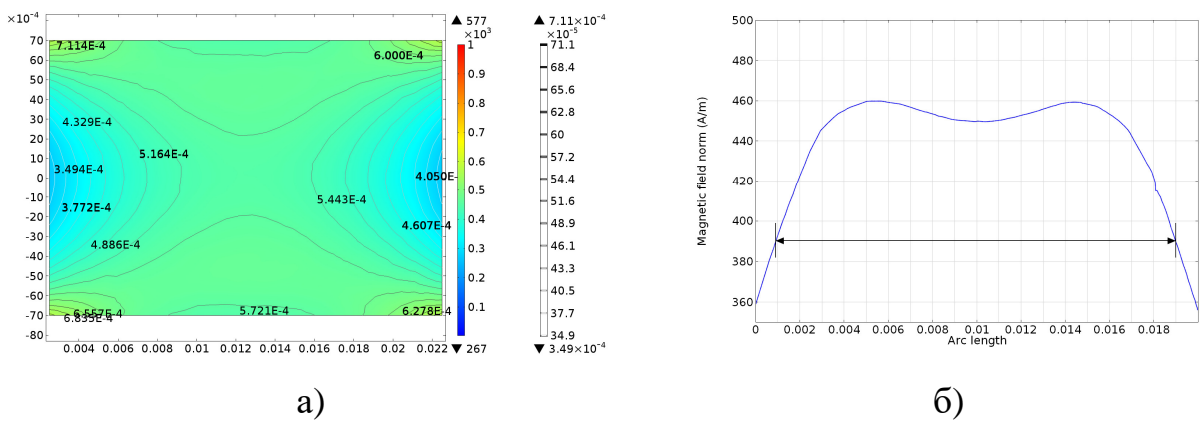


Рис. 2.26. Топологія магнітного поля в робочій зоні площини  $XU$  сідлоподібної котушки: розподіл напруженості (градієнтне поле) та індукції (контурні лінії) магнітного поля в площині  $XU$  – (а), напруженість поля вздовж вісі  $y$  – (б)

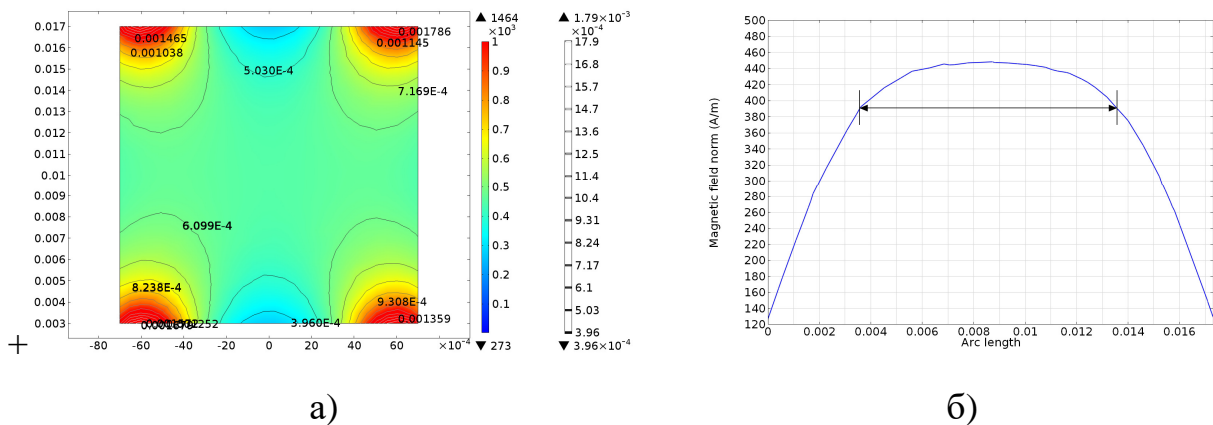


Рис. 2.27. Топологія магнітного поля в робочій зоні площини  $YZ$  сідлоподібної котушки: розподіл напруженості (градієнтне поле) та індукції (контурні лінії) магнітного поля в площині  $YZ$  – (а), напруженість поля вздовж вісі  $z$  – (б)

Представлені на даних рисунках залежності розподілу напруженості магнітного поля показують, що зони допустимої неоднорідності поля (не більше 15 %) по обидві сторони від геометричного центру сідлоподібної котушки складають: 12,3 мм вздовж вісі  $x$ , 18,1 мм вздовж вісі  $y$ , та 10 мм вздовж вісі  $z$ . За результатами проведених розрахунків та отриманих карт полів визначено відносний об'єм робочої зони котушки, що складає 28,12% від її повного об'єму. Для такого об'єму рекомендований розмір досліджуваних зразків складає  $12 \times 18 \times 10 \text{ мм}^3$ .

## Висновки до 2-го розділу

1. Розглянуто особливості використання  $s$ -моделювання для параметричної комп'ютерної ідентифікації ширококутових мультиплетних спектрів ЯКР при синусоїдальному та шумовому збудженні. Запропоновано імітаційну модель однокотушкового когерентного Фур'є спектрометра ЯКР без перетворення несучої частоти та досліджено головні етапи інформаційних перетворень сигналу СВІ. Отримано симульовані резонансні



спектри ЯКР  $^{115}\text{In}$  в шаруватому кристалі  $\text{InSe}$  для спінового переходу  $\pm 3/2 \leftrightarrow \pm 5/2$ .

2. Розвинуто концепцію побудови передавального тракту портативного імпульсного ЯКР спектрометра та проведено імітаційне моделювання його роботи з максимально можливим врахуванням параметрів реального експерименту. Досліджено залежності ширини спектру сигналу на виході передавача від тривалості імпульсів збудження із синусоїдальним та шумовим заповненням. Встановлено, що при малій тривалості шумового зонduючого імпульсу ( $\sim 1$  мкс) в приймальному каналі з шириною смуги пропускання 1 МГц спостерігається залежність притаманна  $\delta$ -подібним радіочастотним імпульсам, а при її збільшенні до 100 мкс – ширина смуги зростає до значень 600 – 700 кГц і далі фактично обмежується смугою пропускання приймального каналу радіоспектрометра.

3. На основі рівнянь енергетичного балансу розраховані потужнісні характеристики проміжного та вихідного каскадів транзисторного ВЧ передавача спектрометра з метою підвищення його енергетичної ефективності. Для зменшення споживаної потужності пристрою, та як наслідок, сумарної потужності розсіювання, застосовано імпульсне керування зміщенням робочих точок транзисторів. В результаті цього вдалося знизити потужність розсіювання на 45,8 – 98,39 % для радіоімпульсів шпаруватістю  $10 \leq S \leq 1000$ .

4. Проведено аналіз методів демодуляції сигналу СВІ придатних для застосування в імпульсних радіоспектрометрах. Розроблено імітаційну модель приймального тракту радіоспектрометра, в якій для реалізації квадратурного детектора з системою фільтрації та пригнічення квадратурних відбивань вибрана технологія РППК. Застосування принципу прямого оцифрування сигналу дозволило істотно скоротити довжину аналогової частини приймача, а отже, зменшити зашумленість сигналу СВІ та рівень позасмугових спектральних складових вищих порядків. Максимальна

лінійність фазових та частотних характеристик при збудженні ЯКР точно сформованими імпульсними послідовностями з наперед заданими початковими фазами в діапазоні частот 1 – 50 МГц досягнута шляхом застосування цифрової фільтрації сигналу. Розраховано коефіцієнти децимуючих та компенсаційних НЧ фільтрів. В імітаційну модель РППК приймача інтегровано алгоритм на основі принципу фазових циклів CYCLOPS, що забезпечує зменшення квадратурних відбивань до 1 %.

5. Представлено метод і алгоритм експрес-ідентифікації спектрів ЯКР, що полягають у збудженні резонансу в моноселеніді індію короткими імпульсами з шумовим заповненням та цифровій обробці отриманих даних. У результаті статистичного кореляційного аналізу встановлено, що при застосуванні цифрового накопичення і усереднення даних сигналу СВІ, взаємна кореляція між  $N-1$ -ю та  $N$ -ю ітераціями зростає, а коефіцієнт кореляції Пірсона, досягаючи значень 0,8–0,92, є показником коректної ідентифікації резонансного сигналу. Показані результати моделювання збудження резонансу серією шумових імпульсів у вигляді спектрограми ЯКР  $^{115}\text{In}$  та її площинних перерізів. Запропонований метод можна ефективно застосовувати для пошуку резонансу на «невідомих» частотах, числові значення яких не виходять за межі робочого діапазону частот приймача спектрометра.

6. Для забезпечення обмеженої зони сканування зразка шаруватого напівпровідника та більш ефективної взаємодії радіочастотного поля з кристалом проведено дослідження оптимального робочого об'єму сідлоподібної котушки ЯКР-спектрометра шляхом розрахунку топології магнітного поля у робочій зоні котушки методом кінцевих елементів. Враховуючи вихідні геометричні розміри досліджуваних зразків створено розрахункову область, що являється моделлю фізичної конструкції сідлоподібної котушки з довжиною 25,2 мм, радіусом 10 мм та кутом розкриву дугових ділянок 120°.

7. Проведено числове моделювання у середовищі COMSOL

Multiphysics і розраховані карти розподілу напруженості статичного магнітного поля сідлоподібної котушки в двомірному та тривимірному представленні. Визначено, що для одновиткової сідлоподібної котушки із вказаними геометричними параметрами рекомендований розмір зразків досліджуваних методом ЯКР складає  $12 \times 18 \times 10 \text{ мм}^3$ , що становить 28,12% від повного об'єму котушки.

## РОЗДІЛ 3

### Методи програмних модулів для конфігурування пристроїв на основі синтаксису моделювання динамічних режимів логікових структур

#### 3.1. Розроблення базової структури цифрового обчислювального ядра радіоспектрометра на основі програмованих логікових інтегральних схем

У випадку розроблення апаратури спостереження ЯКР ти релаксаційних процесів (часи спін-спінової та спін-граткової релаксацій) у твердих тілах часто виникає необхідність у забезпеченні гнучкості вимірювальної системи: впровадження нових мульти-імпульсних методик дослідження, адаптація параметрів синтезованих сигналів для дослідження актуальних ядер, реалізація чутливого приймального тракту з можливістю цифрового накопичення та фільтрації сигналів спаду вільної індукції та ін [74, 75]. Така гнучкість конфігурування апаратури спостереження ЯКР можлива тільки завдяки застосуванню ПЛІС.

Програмовані логікові інтегральні схеми (ПЛІС-Programmable Logic Devices - PLD) є відносно новою елементною базою, що поєднує гнучкість великих інтегральних схем спеціального призначення та доступність традиційної апаратної логіки [118 - 120].

Для впровадження апаратних методів радіоспектроскопії, принципи яких ґрунтується на основі представлених у другому розділі моделей було вибрано мікросхеми фірми Intel (Altera Corporation) Cyclone (задачі автоматизації та керування пристроєм) та Cyclone IV (задачі синтезу ВЧ коливань, формування імпульсних послідовностей, цифрове детектування).

Загальна архітектура мікросхеми Cyclone IV приведена на рис. 3.1 [121]. В структурі мікросхеми зазначені лише ті ресурси, що можуть бути використані розробником в своїх проектах і є доступними для програмування. Основний елемент мікросхеми це логічний блок (ЛБ), що включає в себе елементарні комірки мікросхеми – логічні елементи (ЛЕ). В

масиві логічних блоків розташовані стовпчики блоків пам'яті та помножувачів. По периметру мікросхеми розміщені елементи вводу-виводу (ЕВВ), що слугують для обміну мікросхеми інформацією з навколишніми пристроями. На чотирьох взаємно-протилежних сторонах кристалу розміщені блоки фазового автопідстроювання частоти (ФАПЧ). Крім того на кристалі ІС розміщені вузли конфігурування та конфігураційна пам'ять, що є недосяжні користувачу. Основні апаратні ресурси мікросхем, вибраних для розробки наведені в таблиці 3.1.

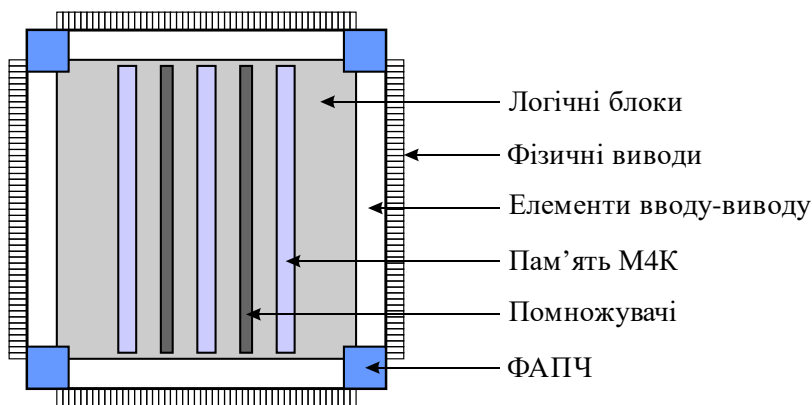


Рис. 3.1. Структура ПЛІС Altera Cyclone IV

В основі модуля цифрового оброблення сигналів СВІ та ЯКР покладена ПЛІС EP4CE15E22C8 [121]. Внутрішня структура даної ПЛІС містить більше 15000 логічних елементів, що забезпечують реалізацію цифрових функціональних блоків шляхом програмної конфігурації. ПЛІС EP4CE15E22C8 – це FPGA мікросхема, основою логічного блоку якої є таблиця перекодування (Look-Up Table – LUT). Архітектура логічного елемента даної мікросхеми показана на рис. 3.2. Мікросхема уможливорює застосування зовнішньої оперативної пам'яті (DDRII SDRAM, SDR SDRAM, FCRAM). Введення-виведення цифрових даних забезпечують 81 порти з довільною конфігурацією. Особливістю даної ПЛІС є наявність у ній чотирьох функціонально незалежних модулів ФАПЧ, що можуть програмно конфігуруватися.

Основні параметри ПЛІС, вибраних для реалізації цифрового  
обчислювального ядра радіоспектрометра

Параметр	EP1C12F324C8	EP4CE15E22C8
Кількість логічних елементів	12060	15408
Кількість блоків логічних масивів	1206	963
Загальний об'єм пам'яті, біт	239616	516096
Блоків ФАПЧ	2	4
Максимальна робоча частота, МГц	250	402
Фізичних виводів	249	81

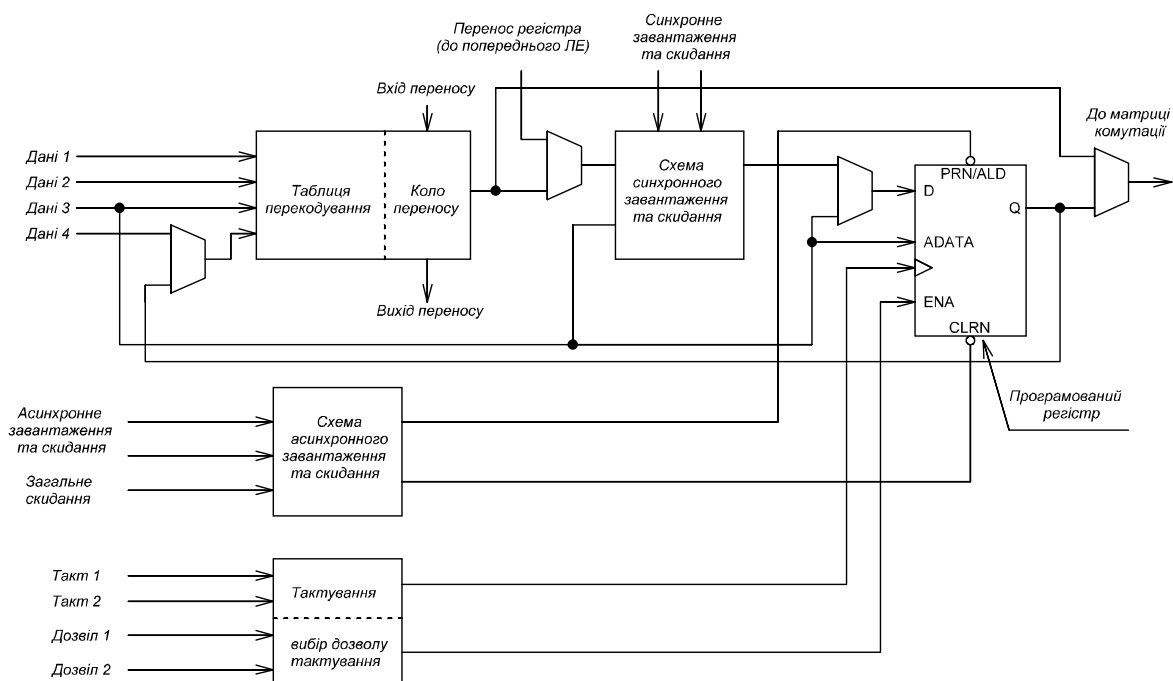


Рис. 3.2. Загальна архітектура логічного елемента ПЛІС Altera Cyclone IV

На основі проведеного аналізу функціональних можливостей ПЛІС та їх апаратних ресурсів розроблена структура ЦОЯР (рис. 3.3). Для розроблення конфігураційних структур ПЛІС необхідно врахувати результати моделювання представлені в попередньому розділі а також параметри швидкодії ІС, що обумовлені внутрішніми затримками поширення сигналів на кристалі. Особливості роботи конфігураційних та буферних пристроїв розглянемо детально у четвертому розділі.

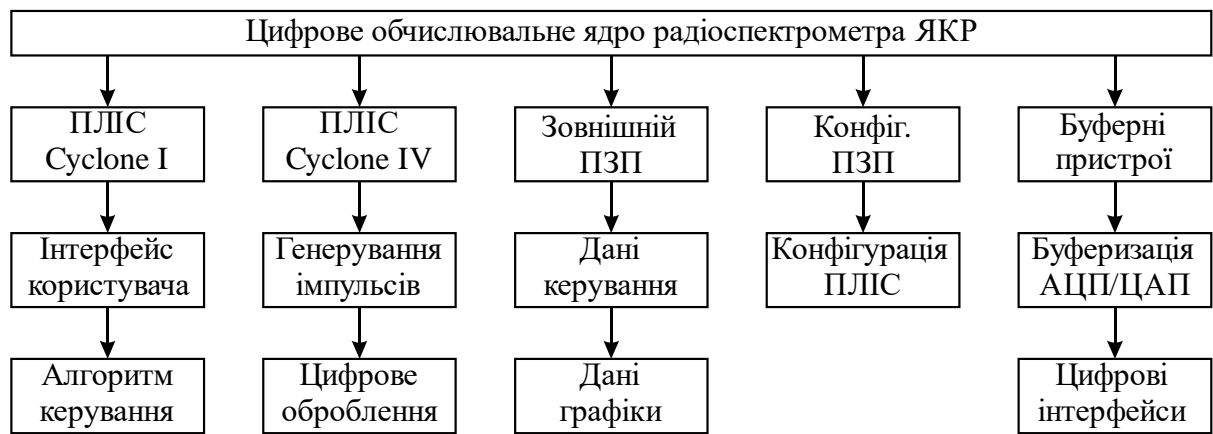


Рис. 3.3. Структура ЦОЯР

### 3.2. Генерація гармонічного коливання для синтезу цифрових сигналів на основі вбудованих апаратних систем

Інтенсивний розвиток сучасних технологій передавання інформації, радіотехнічних систем зв'язку ультрависокочастотних діапазонів, радіофізичних методів досліджень призвів до удосконалення існуючих і створення принципово нових методів та систем генерування і формування сигналів. Звісно, що фундаментальну роль в даному напрямку розвитку радіотехнічних та телекомунікаційних систем відіграли методи формування сигналів на основі алгоритмів прямого цифрового синтезу частот. Теоретичні основи методу набули розвитку ще з 70-х років минулого століття. Однак, практичного впровадження вони набули тільки з підвищенням рівня інтеграції пристроїв твердотільної електроніки завдяки впровадженню нових технологічних процесів, що уможливають виготовлення нанорозмірних структур. Реалізовані на базі цифрової архітектури, сучасні синтезатори частот забезпечують надзвичайно високі не притаманні для традиційних аналогових методів синтезу частот швидкість і точність встановлення параметрів генерованих коливань, переналаштування частоти носійного коливання без розриву його фази, можливість реалізації різного роду швидкісних модуляцій чи маніпуляцій, синтез спеціальних сигналів складної форми, миттєве числове управління параметрами генерованого коливання та інші.

Найбільш точним методом синтезу того чи іншого сигналу є розрахунок миттєвого значення його функції на протязі заданого неперервного часового інтервалу. Очевидно, що у випадку генерації синусоїдального коливання, необхідно з максимальною точністю обчислювати значення періодичної функції  $\sin(\omega t)$ . Оскільки, в радіотехнічних системах, що генерують сигнал в масштабі реального часу, обчислювальні навантаження на центральний процесор є занадто великими, то реалізація такого методу технічно утруднена.

У більшості випадків апаратно-програмної реалізації цифрових синтезаторів гармонічних сигналів найбільшого поширення набули наступні методи нерекурсивної апроксимації синусоїдального коливання: табличний на основі наперед записаних у постійній пам'ятовуючий пристрій (ПЗП) дискретних відліків періодичних функції  $\sin(\omega t)$ , чи  $\cos(\omega t)$ ; гібридний – застосування інтерполяційних методів при знаходженні проміжних значень зчитаних з ПЗП даних; метод обертання координат [122, 123]. Узагальнена структура прямого цифрового синтезатора частот (ПЦСЧ) приведена на рис. 3.4 [122]. Численні модифікації даної структури синтезатора частот, що ґрунтуються на застосуванні нових теоретико-числових базисів та покращеної архітектури арифметичних суматорів і перетворювачів фаза-амплітуда, а також удосконаленні існуючих методів формування лінійно-змінного сигналу керування фазою коливання детально розглянуті у роботах [123–125].

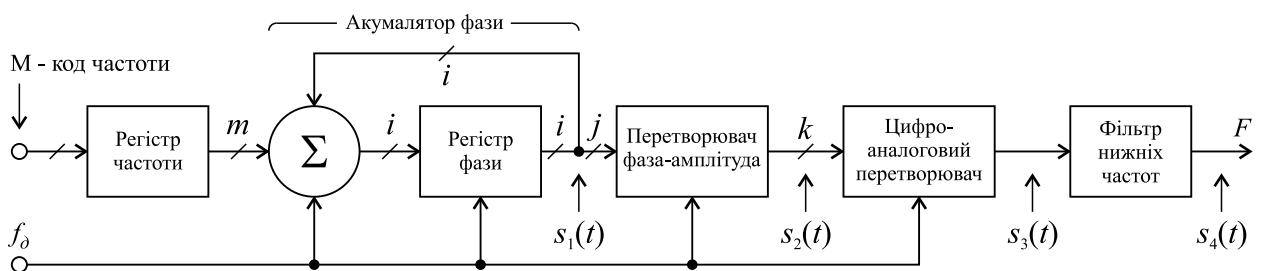


Рис. 3.4. Структура прямого цифрового синтезатора частот на основі акумулятора фази



Один із способів, що дозволяє уникнути труднощів з використанням апаратних обчислювальних ресурсів при цифровому синтезі періодичних сигналів, полягає у створенні таблиці перекодування  $N$  дискретних значень періодичної гармонічної функції  $\sin(\omega t)$ , що описують її поведінку в часовому інтервалі  $0 - 2\pi$ , або меншому (половина чи четверть періоду, використовується для економії ресурсів запам'ятовуючого пристрою ПЗП) завдяки властивості симетрії коливальної функції. Число вибірок значень коливальної функції та алгоритм перекодування самі по собі не визначають продуктивність даного методу, оскільки крім цього вона буде залежати від необхідної точності та стабільності формування сигналу у режимі реального часу і нелінійності процесу цифро-аналогового перетворення. Ефективність методу табличного перекодування визначається оптимальним відношенням між точністю форми генерованого сигналу та чистотою реалізації його спектру [126]. Принцип сигнальних перетворень у ПЦСЧ (рис. 3.4) відображений на рис. 3.5.

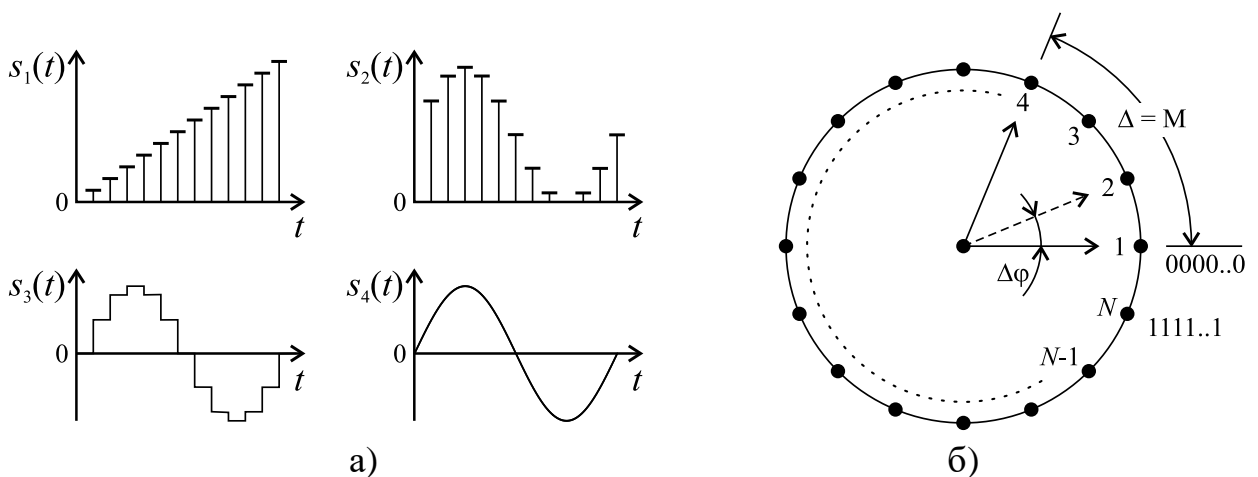


Рис. 3.5. Принцип роботи прямого цифрового синтезатора частот: епюри сигнальних перетворень (а), фазове коло цифрового обчислювального ядра синтезатора (б).

Іншим популярним способом апроксимації синусоїдального коливання є використання алгоритму CORDIC (Coordinate Rotation Digital Computer)

рекурсивного або не рекурсивного типів [127]. Заснований на методі Гівенса (метод обертань), алгоритм CORDIC є одним із найбільш апаратно ефективних, оскільки в даному випадку необхідно реалізовувати лише ітеративні операції зсуву-додавання.

Частота вихідного сигналу ПЦЧС, генерованого числовим методом залежить від частоти дискретизації  $f_d$  та від приросту фази  $\Delta$ :

$$F = \Delta \frac{f_d}{2^i}; \Delta \leq N / 2,$$

де  $i$  – розрядність даних таблиці перекодування. При цьому, мінімальний крок семплювання визначається розмірністю таблиці перекодування  $N = 2^i$  і для одного циклу періодичного коливання складає:

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi}{2^i}.$$

Якщо  $\Delta = 1$ , то табличні значення коливальної функції зчитуються послідовно з частотою дискретизації  $f_d$ . Для генерації гармонічних періодичних сигналів з довільними значеннями частот в діапазоні  $f_d/2^i - f_d/2$  (до частоти Найквіста) необхідно, щоб приріст фази  $\Delta$  приймав не тільки цілочисельні але й дробові значення. Останнє, як правило, призводить до суттєвого зростання коефіцієнту нелінійних спотворень (КНС) у спектрі сигналу генерованого ПЦЧС. Крім цього, величина нелінійних спотворень вихідного сигналу залежить також і від помилок квантування, розмірності таблиці перекодування  $N$  та точності (розрядності числа) представлення записаних в таблиці перекодування вибірок  $n$  [128]. Крім того, відсікання молодших розрядів фази коливання, що використовується для зменшення об'єму запам'ятовуючого пристрою, призводить до непоправних похибок апроксимації.

Для реалізації алгоритмів прямого цифрового синтезу та гармонічного аналізу вихідного сигналу ПЦЧС складемо таблицю з  $N$  вибірок функції синусоїдального коливання. Значення вибірок коливальних функцій  $\sin$  та CORDIC-sin розраховані у програмному середовищі MATLAB за їх

математичними моделями:

$$s(n) = \begin{cases} \sin\left(\frac{2\pi(n-1)}{N}\right); \\ n \in \{1, 2, \dots, N\} \end{cases}; \quad s_c(n) = \begin{cases} \text{cordic sin}\left(\left(\frac{2\pi(n-1)}{N}\right); (I_C)\right), \\ n \in \{1, 2, \dots, N\} \end{cases}$$

де  $n$  – номер вибірки а  $I_C$  – число ітерацій алгоритму CORDIC, збільшення якого забезпечує зростання точності, але призводить до зростання часу розрахунку.

При дробовому  $\Delta$  для синтезу колювання з меншим рівнем спотворень необхідно до прямого табличного методу застосовувати інтерполяційний метод [128]. У випадку лінійної інтерполяції проміжні значення амплітуди генерованого сигналу обчислювалися за виразом:

$$s(n)_x = mx + \sin\left(\frac{2\pi(n-1)}{N}\right),$$

де  $0 < x < 1$  – дробова частина приросту фази  $\Delta$ , а  $m$  – тангенс кута нахилу апроксимаційної прямої:

$$m = \frac{s(n) - s(n-1)}{n - (n-1)} = \sin\left(\frac{2\pi n}{N}\right) - \sin\left(\frac{2\pi(n-1)}{N}\right).$$

Аналіз гармонічних спотворень проводився за методикою представленою в роботі [128], що базується на визначенні відношення енергії гармонік вищих порядків до сумарної енергії усіх гармонік:

$$K_H = \sum_{\kappa > 1} E_{\kappa} / \sum_{\kappa \geq 1} E_{\kappa},$$

де  $E_{\kappa}$  – енергія спектральної складової з частотою  $F_{\kappa}$ . Оскільки колювання з дискретним відображенням є апроксимованим, то в його спектрі мають місце гармонічні  $F_{\kappa}$  та комбінаційні  $F_{\kappa c} = f_d \pm F_{\kappa}$  складові.

Отримання точних і правильних результатів розрахунку енергетичних співвідношень можливе при оцінюванні усередненого значення КНС для повного циклу синтезованого колювання. При прямому табличному методі синтезу повний цикл в залежності від  $\Delta$  може складатися з декількох періодів

коливання. В загальному випадку, якщо  $\Delta = A/B$ , де  $A$  і  $B$  – прості числа, то мінімальне число вибірок повного циклу  $N' = BN$ . Наприклад, якщо  $N = 256$  та  $\Delta = 2,5 = 5/2$ ,  $N' = 2 \cdot 256 = 512$ .

Комплексний ряд Фур'є дискретизованого сигналу, представленого послідовністю з  $N$  відліків на часовому інтервалі спостереження  $T_c = nN$  матиме вигляд [101]:

$$s_o(t) = T_\delta \sum_{\kappa=-\infty}^{\infty} \dot{C}_\kappa e^{j2\pi\kappa \frac{t}{T_c}},$$

де  $\kappa = 0, 1, 2, \dots, N-1$ , а комплексні коефіцієнти ряду є комплексними амплітудами спектральних складових:

$$\dot{C}_\kappa = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} s(n) e^{-j2\pi\kappa \frac{n}{N}}.$$

Для аналізу амплітудного спектру дискретизованого сигналу визначимо модулі ( $C_1, C_2, \dots, C_{N/2}$ ) та аргументи ( $\varphi_1, \varphi_2, \dots, \varphi_{N/2}$ ) комплексних коефіцієнтів ряду Фур'є та запишемо вирази для миттєвих значень гармонік спектру [101]:

$$\begin{aligned} s_1(n) &= 2C_1 \cos\left(2\pi \frac{n}{N} + \varphi_1\right); \\ s_2(n) &= 2C_2 \cos\left(4\pi \frac{n}{N} + \varphi_2\right); \\ &\dots\dots\dots \\ s_{N/2}(n) &= C_{N/2} \cos\left(\kappa 2\pi \frac{n}{N} + \varphi_{N/2}\right). \end{aligned}$$

Знаючи сумарну енергію гармонік на протязі циклу  $BN$  та енергію гармонічного коливання основної частоти, запишемо вираз для розрахунку КНС вихідного сигналу ПЦСЧ:

$$K_H = \frac{\sum_{n=0}^{BN-1} s_o(n)^2 - 2BN |\dot{C}_1|^2}{\sum_{n=0}^{BN-1} s_o(n)^2}.$$

Розроблення форми сигналу та порівняння описаних вище алгоритмів

синтезу секвент проведено шляхом комп'ютерної параметричної ідентифікації з використанням інтеграції MATLAB і Simulink (рис. 3.6) [129]. Застосування бібліотек Simulink Signal Processing Toolbox™ та DSP System Toolbox™, що суттєво розширюють можливості MATLAB в області цифрового формування та оброблення сигналів, дозволило розробити моделі синтезу гармонічних періодичних сигналів і проаналізувати відповідні їм алгоритми генерування і пов'язані з ними якісні характеристики вихідного сигналу, ще до реалізації ПЦСЧ на апаратному рівні.

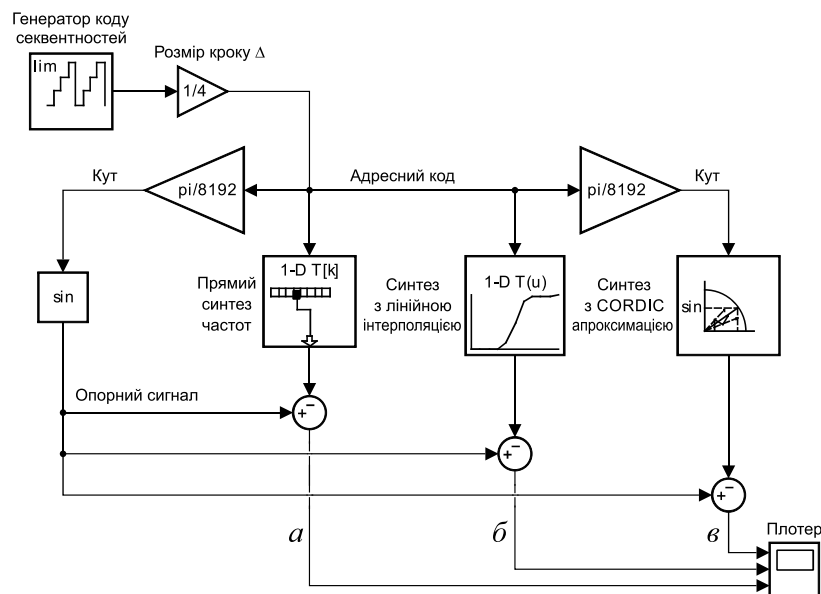
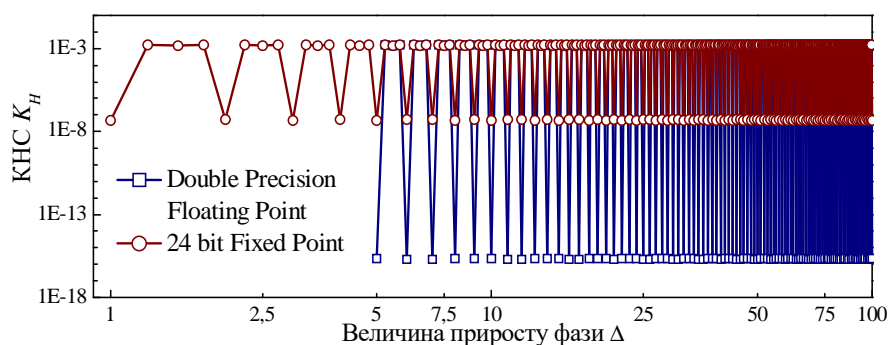


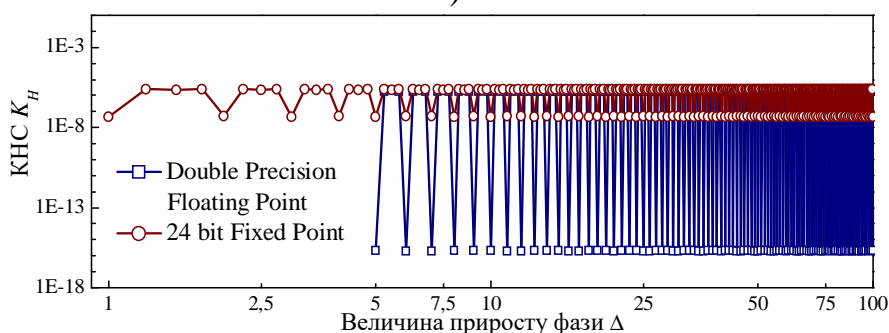
Рис. 3.6. Імітаційна модель для дослідження алгоритмів генерації гармонічного коливання

Дослідження гармонічних спотворень проводилось для дискретизованого за точками, лінійно інтерпольованого з кроком  $\Delta$  та апроксимованого за алгоритмом CORDIC сигналів (50 ітерацій). При цьому  $N = 256$  дискретних значень функції  $\sin$  були представлені як числами подвійної точності з плаваючою крапкою, так і відліками 24-бітних чисел з фіксованою крапкою. При всіх інших однакових умовах, застосування таблиці подвійної точності забезпечує суттєве зниження нелінійних спотворень у випадку цілочисельних  $\Delta$ . У випадку дробових  $\Delta$  застосування

лінійної інтерполяції забезпечує зниження розкиду абсолютних значень КНС з  $10^{-3}$  до  $10^{-5}$  (рис. 3.7).



а)



б)

Рис. 3.7. Залежність КНС від величини приросту фази: прямий синтез (а), синтез з лінійною інтерполяцією (б).

Розроблення форми сигналу для ПЦСЧ з покращеною спектральною чистотою ініціює вибір оптимальної розмірності  $N$  таблиці перекодування. Досліджені залежності величини КНС вихідного сигналу синтезатора від  $N$  для таблиці даних з фіксованою крапкою приведені на рис. 3.8. При зміні  $N$  від  $2^5$  до  $2^{26}$  рівень спектральних складових вищих порядків зменшується і змінюється в інтервалі  $2 \times 10^{-2} - 5 \times 10^{-8}$  (рис. 3.8,а) при дробових приростах фази  $\Delta$  та прямій дискретизації за точками, а при застосуванні лінійної інтерполяції – в інтервалі  $2 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-8}$  (рис. 3.8,б). Збільшення розмірності таблиці  $N$  покращує спектральну чистоту вихідного сигналу, проте спричиняє суттєве зростання об'єму внутрішньої енергонезалежної пам'яті ПЦСЧ. Однак, існує оптимальне значення розмірності таблиці перекодування

$N_{OPT}$ , подальше зростання якого істотно не впливає на зміну величини КНС вихідного сигналу синтезатора. Як показали результати моделювання в MATLAB, при найпростішому варіанті реалізації ПЦСЧ (у випадку прямої дискретизації за точками)  $N_{OPT} = 2^{25}$ , при синтезі з лінійною інтерполяцією даних  $N_{OPT}$  становить  $2^{13}$ . Застосування інтерполяції значень функції  $\sin$ , представлені дискретними відліками на інтервалі  $0 - 2\pi$  забезпечило зменшення об'єму ПЗП цифрового синтезатора з 768 Мбіт до 192 кбіт, при цьому, зростання КНС не перевищувало 5 %.

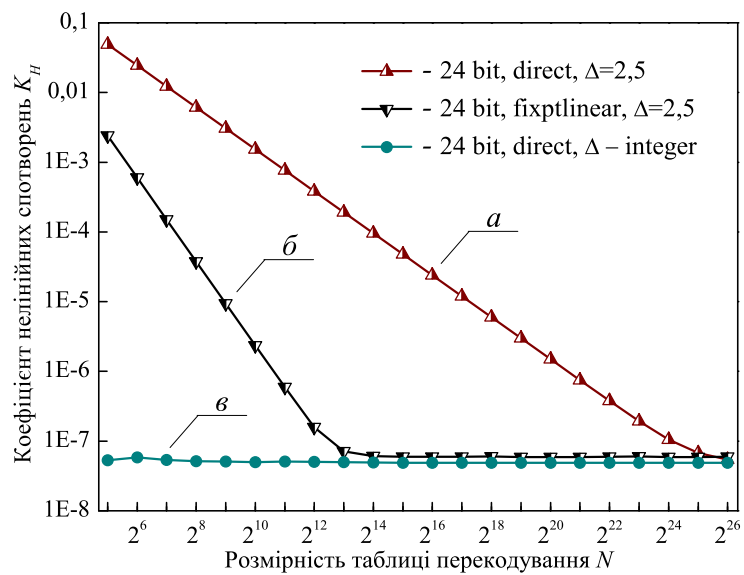


Рис. 3.8. Залежність КНС від розмірності таблиці перекодування

Застосування імітаційного моделювання в MATLAB Simulink дозволило також провести візуалізацію форм цифрових сигналів, отриманих на виході ПЦСЧ та провести їх порівняння з опорним сигналом функції  $\sin(x)$  шляхом віднімання синтезованого і опорного сигналів. На рис. 3.9 показано абсолютні відхилення миттєвих значень сигналу  $s(t)$  синтезованого трьома різними методами при  $N_{OPT} = 8192$ .

Проведено параметричне оцінювання ефективності алгоритмів генерування, найбільш придатних для синтезу цифрових періодичних сигналів на основі вбудованих апаратних систем. Як і слід було очікувати з розрахунку КНС вихідного сигналу ПЦСЧ, лінійна інтерполяція вносить

меншу похибку, ніж дискретизація за точками, однак алгоритм CORDIC наближення забезпечує більш низький поріг похибки (рис. 3.9,в) у порівнянні з лінійною інтерполяцією. Зазвичай, більшої точності можна досягти за рахунок збільшення числа ітерацій, а отже і збільшення часу обчислень.

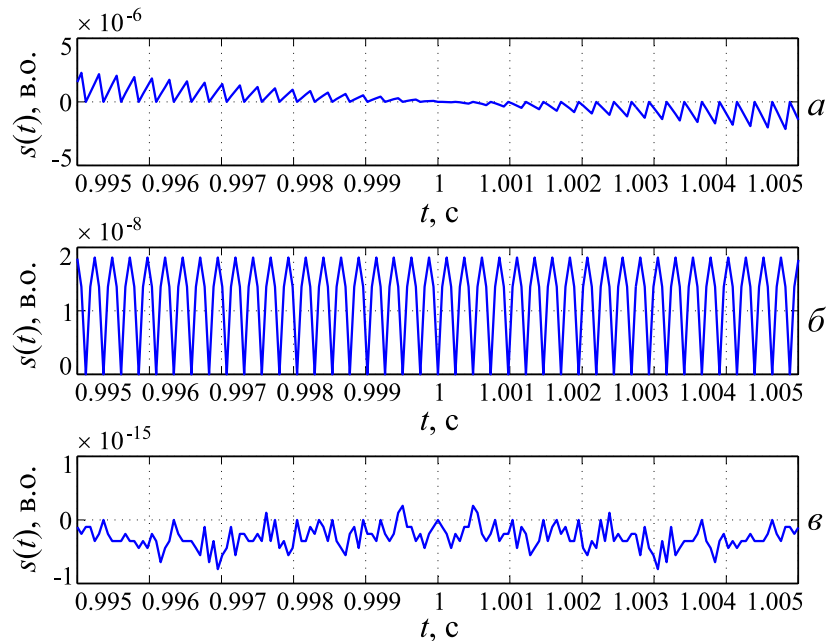


Рис. 3.9. Порівняння точності форми синтезованих сигналів: для прямого табличного методу (а), для інтерполяційного методу (б), для методу CORDIC апроксимації (в).

### 3.3. Розроблення конфігураційної структури формувача імпульсних послідовностей на основі ПЦСЧ

Важливим функціональним блоком імпульсного Фур'є спектрометра ЯКР є формувач багатоімпульсних послідовностей, що задає програму формування імпульсів збудження ЯКР у відповідності до наперед заданого алгоритму. Програматор повинен формувати імпульсні послідовності з наперед заданою точністю та забезпечувати функції регулювання часових параметрів імпульсів і пауз між ними, а також початкових фаз. Якщо з допомогою даного пристрою формувати серію імпульсів збудження і послідовно повертати систему ядерних спінів, то отримаємо ряд сигналів, які



поступово затухають і через декілька десятків імпульсів можуть не спостерігатись. Це зумовлено некогерентністю обертання спінів або втратою «фазової пам'яті» унаслідок різних взаємодій мікросистеми [130].

Більшість пристроїв формування імпульсів збудження для проведення ядерних резонансних і релаксаційних досліджень в області ЯКР-ЯМР виконані у вигляді плат розширення персонального комп'ютера і вимагають розроблення спеціалізованого програмного забезпечення, що накладає обмеження на їх мобільність [131]. Крім того, в силу своєї багатой функціональності, і як наслідок, високої ціни використання таких пристроїв є економічно не обґрунтованим для багатьох наукових лабораторій.

В даному параграфі представлено реалізацію конфігураційної структури ПЛІС EP4CE15E22C8, яка уможлиблює реалізацію функціонального програмно-керованого формувача імпульсних послідовностей для впровадження багатоімпульсних методів ЯКР. Використання ПЛІС забезпечило формування імпульсів збудження ЯКР із наперед заданою високою точністю та можливістю зміни конфігурації параметрів послідовностей, не тільки на етапі розроблення, але й під час проведення радіофізичних експериментів з ЯКР.

Існуючі на даний час апаратні методи імпульсної Фур'є спектроскопії та релаксометрії ЯКР умовно розділяють на когерентні та не когерентні системи, що відрізняються наявністю синхронізації фази імпульсів збудження із коливаннями несучої частоти (рис. 3.10). Створені пакети коливань несучої частоти (рис. 3.10,г) слугують імпульсами зондування, передні фронти яких формуються імпульсами запуску (рис. 3.10,б) і синхронізовані за фазою із коливанням несучої частоти (рис. 3.10,а), що забезпечує повну когерентність роботи імпульсного спектрометра.

При проведенні релаксаційних досліджень важливим є, як когерентність сформованих імпульсів, так і точність встановлення часових параметрів 90°-го, 180°-го імпульсів та пауз між ними.

Оскільки частота сигналу ЯКР для певної сполуки залежить від

величина градієнта електричного поля, то часто значення частоти резонансу є невідомим до проведення експерименту. Тому виникає необхідність зміни частоти заповнення та тривалості  $90^\circ$ -го і  $180^\circ$ -го імпульсів у кожному конкретному випадку. При використанні методики приведеної в [93] розв'язання цієї задачі є проблематичним, оскільки внаслідок фазової прив'язки імпульсів зондування до несучого коливання виникає часова похибка, що накопичується зі збільшенням кількості імпульсів у послідовності (рис. 3.10,г).

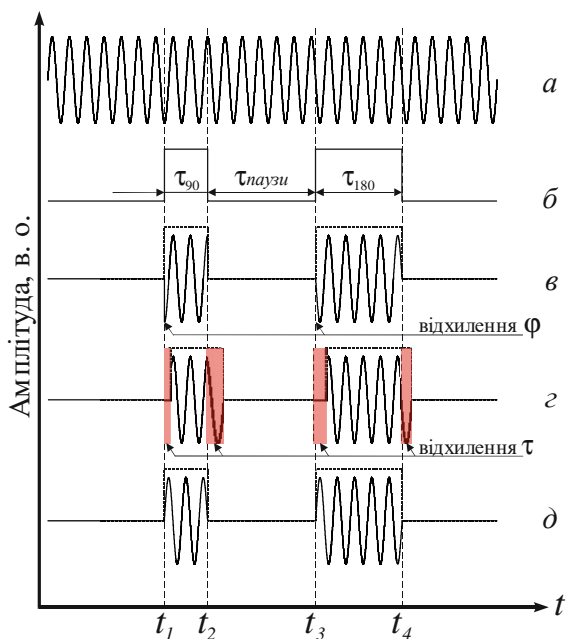


Рис. 3.10. Часові діаграми формування імпульсів збудження ЯКР: коливання несучої частоти та огинаюча імпульсу збудження (а, б); імпульси зондування при не когерентному, когерентному формуванні і застосуванні керованого синтезатора (в, г, д).

Широкий спектр методик спостереження ЯКР вимагає застосування формувачів із можливістю встановлення та зміни багатьох параметрів імпульсів у послідовностях, що підвищує складність реалізації, і відповідно, вартість апаратури для спостереження ЯКР. Поява реконфігурованих програмованих логікових інтегральних схем спрощує дану задачу та уможливорює реалізацію імпульсних методів ЯКР на їх основі, оскільки використання ПЛІС дозволяє створити не тільки носійні коливання зі строго заданою частотою і початковою фазою, але і гнучку систему формування когерентних імпульсів збудження сигналів ЯКР.

Для розроблення формувача імпульсних послідовностей на основі синтезатора частот з програмним керуванням запропоновано блок-схему конфігураційної структури ПЛІС (рис. 3.11). Запропонований формувач імпульсних послідовностей для імпульсного спектрометра ЯКР являє собою програмно-апаратну розробку. Програмний алгоритм розроблено засобами моделювання і розробки надвеликих інтегральних схем і систем-на-кристалі фірми Intel (Altera) [132].

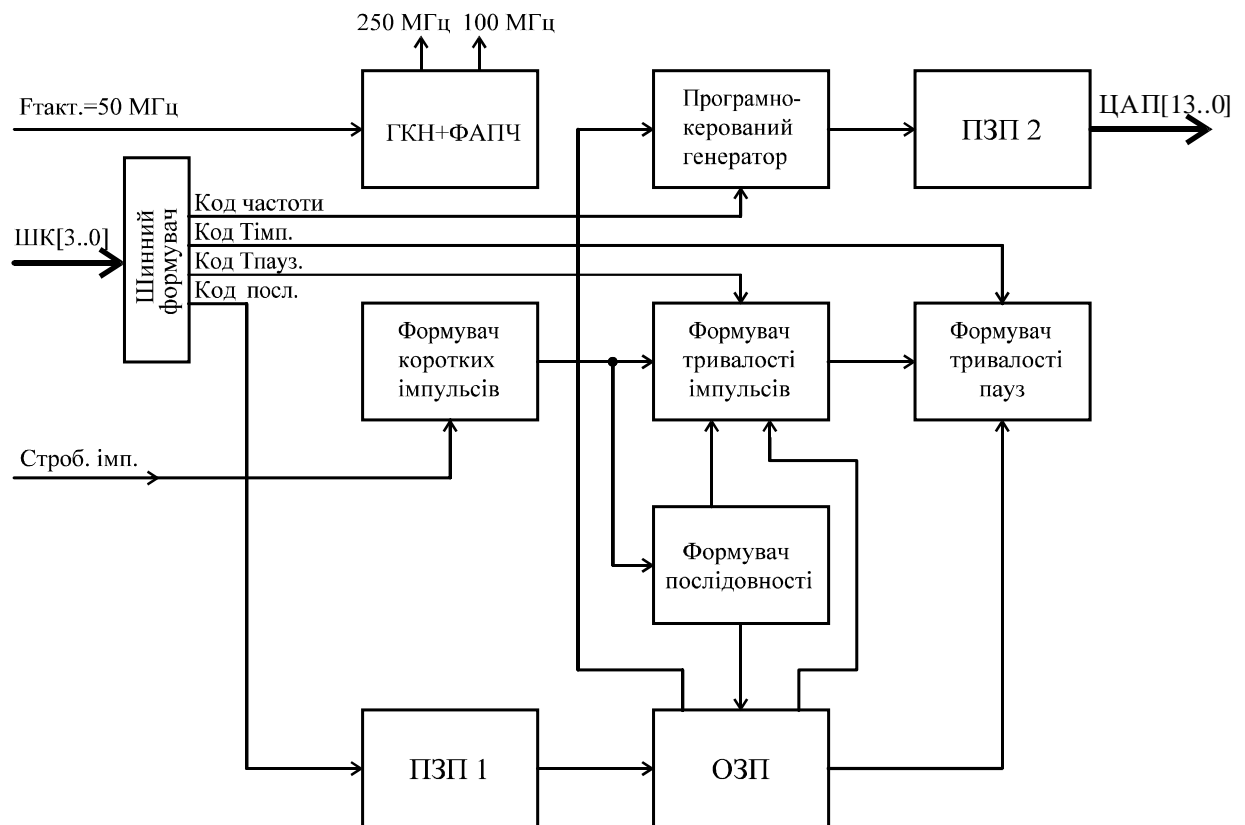


Рис. 3.11. Структурна схема формування багатоімпульсних послідовностей на основі синтезатора з програмним керуванням

Модуль ГКН-ФАПЧ є програмованою системою ФАПЧ, яка інтегрована у ПЛІС EP4CE15E22C8. Дана система забезпечує формування коливань з частотами  $f_{\text{такт}1} = 250 \text{ МГц}$  та  $f_{\text{такт}2} = 100 \text{ МГц}$  з використанням зовнішнього термостабілізованого тактового генератора, що працює на частоті 50 МГц. До складу системи входить фазовий детектор, що визначає

різницю фази і частоти вхідного сигналу ( $f_{\text{такт}}$ ) та сигналу зворотного зв'язку. Вихідний сигнал формується генератором керованим напругою. Фільтр низьких частот усуває самозбудження системи в цілому. Частота  $f_{\text{такт1}}$  є опорною для цифрового синтезатора частоти та квадратурного детектора, а  $f_{\text{такт2}}$  – необхідна для функціонування схеми формування імпульсних послідовностей. Вибір значення  $f_{\text{такт2}} = 100$  МГц уможливорює формування імпульсів збудження ЯКР з мінімальною тривалістю  $\tau = 100$  нс. Оскільки подільники частоти  $N$  та  $M$  мають цілочисельні коефіцієнти ділення, крок сітки модуля ГКН-ФАПЧ визначає частота порівняння  $f_{\text{пор}}$ , а частота вихідного сигналу визначається з формули:

$$f_{\text{вих}} = f_{\text{такт}} \frac{N}{M}.$$

Конфігурування модуля ГКН-ФАПЧ ПЛІС EP4CE15E22C8 проведено в програмному середовищі ALTERA Quartus II Web Edition, шляхом вибору значень  $f_{\text{такт}}$ ,  $f_{\text{такт1}}$ ,  $f_{\text{такт2}}$  та встановленні відповідних коефіцієнтів  $N$  і  $M$ .

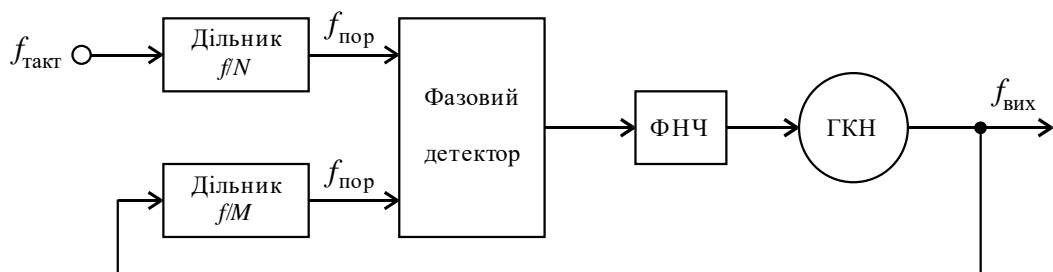


Рис. 3.12. Структурна схема ФАПЧ ПЛІС EP4CE15E22C8

Відмінною особливістю запропонованого методу формування багатоімпульсних послідовностей є його реалізація на основі багатofункціонального програмно керованого цифрового синтезатора частоти з можливістю швидкісної частотної та фазової маніпуляцій (рис. 3.13). Крім формування неперервних коливань, що слугують для заповнення імпульсів зондування у діапазоні резонансних частот ЯКР від 2 МГц до 50 МГц (ізотопи  $^{14}\text{N}$ ,  $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{71}\text{Ga}$ ,  $^{113}\text{In}$ ,  $^{115}\text{In}$  та інші), запропонований

синтезатор частот також слугує джерелом опорних сигналів синусоїдальної та косинусоїдальної форми для високочастотного квадратурного детектора.

Конфігураційна структура синтезатора (рис. 3.13), реалізованого за принципом побудови ПЦСЧ на основі прямого табличного синтезу, розроблена у програмному середовищі ALTERA Quartus II Web Edition. Основою запропонованого синтезатора є 48-бітний акумулятор фази «altaccumulate0», що формує послідовність кодів миттєвої лінійно-змінної фази генерованого сигналу. Значення відліків вихідного сигналу синтезатора частоти, записані в таблицю енергонезалежної пам'яті ПЛІС «DDS\_rom» – ПЗП2. Розрахунок табличних значень одного періоду гармонічного коливання, що змінюється в часі за законом  $y = \sin(x)$  здійснено в програмному середовищі Origin Pro v8 (рис. 3.14). При цьому, період одного коливання складається з 2048 14-бітних відліків. Циклічно повторювані значення відліків вихідного сигналу, що записані в таблицю ПЗП2 «DDS\_rom» забезпечують формування сигналу на виході ПЦСЧ у вигляді періодичної функції  $y(t) = A \sin(2\pi ft + \varphi)$ .

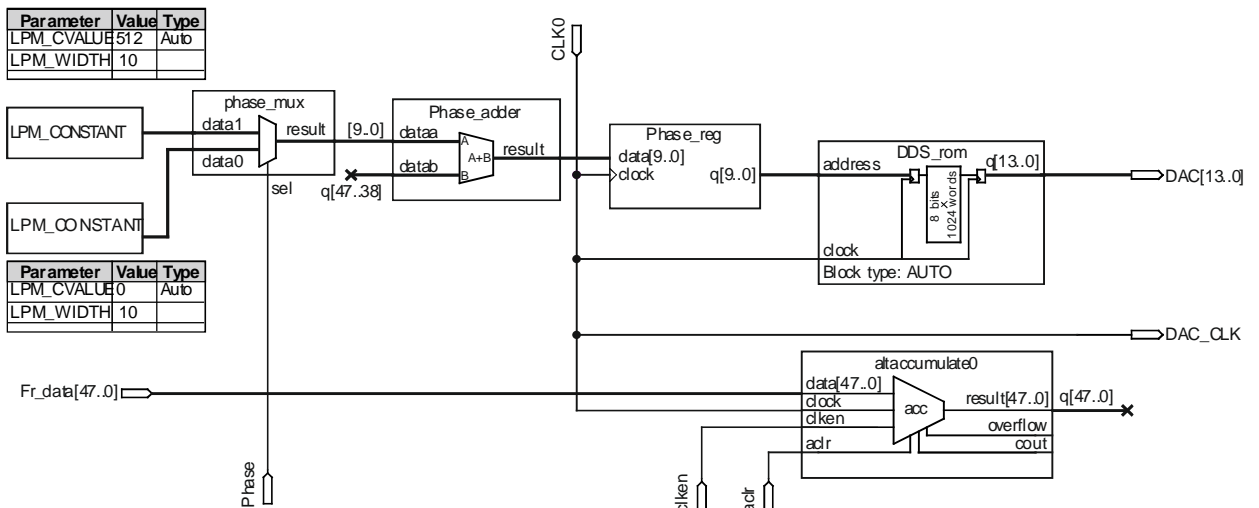


Рис. 3.13. Конфігураційна структура ПЦСЧ, розроблена у програмному середовищі ALTERA Quartus II Web Edition

Додаткові модулі запропонованої конфігураційної структури ПЦСЧ «phase\_mux», «phase\_adder» і «phase\_reg» слугують для здійснення фазової

маніпуляції несучої частоти вихідного сигналу.

В результаті дискретизації сигналу в його спектрі з'являються побічні компоненти, які лежать на частотах  $nf_{\text{ТАКТ}} \pm f_{\text{ВИХ}}$ , де  $f_{\text{ТАКТ}}$  – частота дискретизації,  $f_{\text{ВИХ}}$  – вихідна частота,  $n$  – ціле число (рис. 3.15). Амплітуди цих компонент будуть промодульовані ваговою функцією. Наприклад, при  $f_{\text{ВИХ}} = 0,33f_{\text{ТАКТ}}$  1-й побічний компонент спектру має амплітуду всього на 3 дБ меншу, ніж амплітуда основної складової спектру. Це дуже високе значення, тому при проектуванні систем з ПЦСЧ потрібно обов'язково враховувати вплив побічних компонентів. Слід зауважити, що на частотах  $nf_{\text{ТАКТ}}$  вагова функція набуває нульових значень.

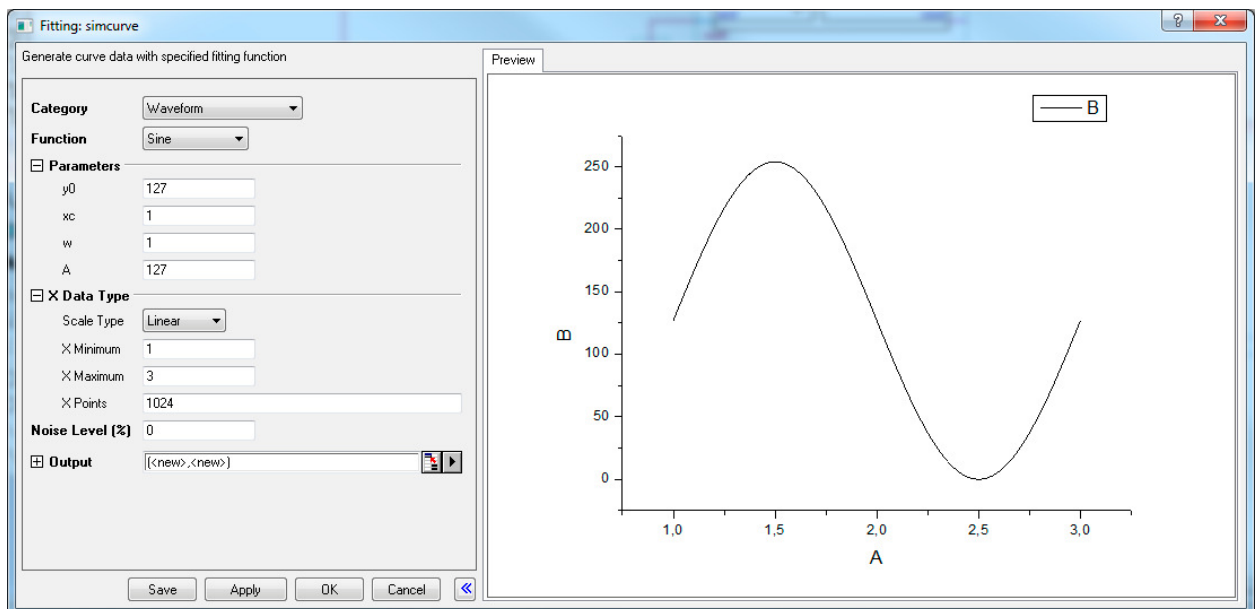


Рис. 3.14. Вікно симуляції Waveform simcurve  
в програмному пакеті Origin Pro v8

Якщо вихідна частота перевищить значення  $1/2f_{\text{ТАКТ}}$ , то 1-й побічний компонент потрапить в смугу  $0 - 1/2f_{\text{ТАКТ}}$ , що унеможливить його фільтрацію за допомогою ФНЧ з частотою зрізу  $1/2f_{\text{ТАКТ}}$ .

Розглянуті вище побічні компоненти є наслідком дискретизації сигналу і проявляються навіть в ідеальному випадку. На практиці спектр вихідного сигналу ПЦСЧ більш складний і містить інші побічні компоненти. Їх

наявність пов'язана з помилкою квантування та іншими факторами. Зокрема, з наявністю інтегральної і диференціальної нелінійностей АЦП, амплітудних викидів, а також з шумом, який не спадає за законом  $\text{sinc}(x)$  та пов'язаний з проникненням на вихід синтезатора тактової частоти. Ці аномалії проявляються у вигляді появи в вихідному спектрі гармонік вихідної частоти та інших побічних компонентів (рис. 3.15). Зазвичай ці компоненти мають значно меншу амплітуду в порівнянні з основним сигналом.

Якість вихідного сигналу ПЦСЧ залежить від багатьох факторів, таких як фазовий шум тактового сигналу, кількість використаних розрядів таблиці перекодування (тобто від усічення коду фази), розрядності ЦАП (усічення коду амплітуди). Інші характеристика ЦАП, а також параметри фільтра, топологія друкованої плати теж впливають на якість вихідного сигналу. Особливо важливими характеристиками ЦАП є лінійність, що потрібно враховувати при виборі зовнішнього ЦАП.

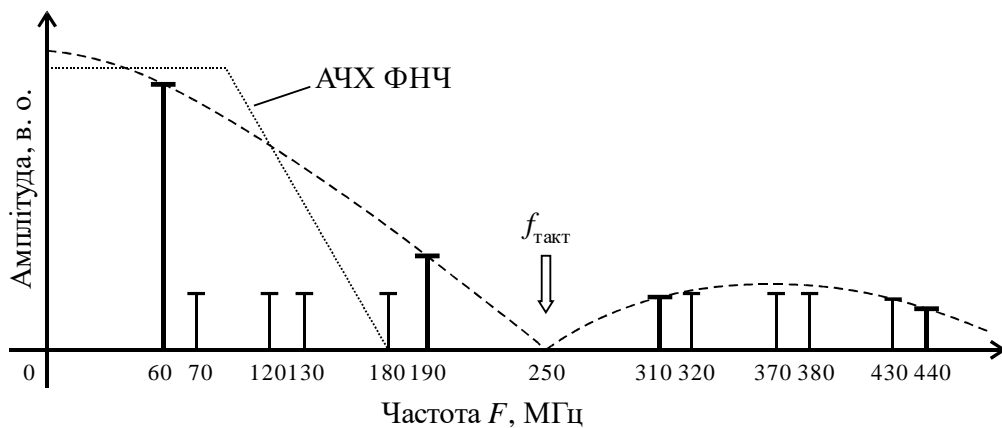


Рис. 3.15. Додаткові бічні компоненти спектру вихідного сигналу ПЦСЧ, що виникають в результаті нелінійності ЦАП

Наявність нелінійності ЦАП призводить до появи в спектрі вихідного сигналу гармонік основної частоти. Їх рівень залежить від величини нелінійності ЦАП. Необхідно відзначити, що ті гармоніки, які мають частоту більшу  $1/2f_{\text{такт}}$ , можуть потрапити в робочий діапазон частот в результаті дзеркального відображення спектру відносно частот  $nf_{\text{такт}}$ . Якщо діапазон

частот від 0 до  $1/2f_{\text{такт}}$  назвати 1-ю зоною Найквіста, від  $1/2 f_{\text{такт}}$  до  $f_{\text{такт}}$  – 2-ю зоною і т.д., то можна сказати, що всі гармоніки, що потрапляють в непарні зони Найквіста, будуть дзеркально відображені в 1-у зону, тобто в робочий діапазон частот.

Ще одним джерелом побічних компонент спектру є наявність у ЦАП викидів, які мають вигляд затухаючих коливань при скачках вихідного сигналу. Неоднаковий час наростання і спаду вихідної напруги ЦАП теж є причиною появи гармонік.

Спектральна чистота вихідного сигналу ПЦСЧ у вузькій смузі частот (зазвичай береться смуга, ширина якої менша 1 % від тактової частоти), в центрі якої знаходиться вихідний сигнал ПЦСЧ, в основному залежить від якості тактового сигналу. У меншій мірі вона залежить від усічення коду фази. Якщо тактовий сигнал має джитер, то тактування ПЦСЧ здійснюватиметься не в рівновіддалені проміжки часу, що призводить до розмивання спектру вихідного сигналу.

Для усунення побічних спектральних компонентів на виході ПЦСЧ використовуються антиалайзингові фільтри. Ідеальний фільтр повинен мати одиничний коефіцієнт передачі на частотах від 0 до частоти Найквіста, і нульовий коефіцієнт передачі на інших частотах (рис. 3.16,а). Однак реалізувати такий фільтр на практиці неможливо. Реальний фільтр в кращому випадку може мати відносно плоску АЧХ до частоти не більше 90% від частоти Найквіста, спад кінцевої крутизни аж до частоти  $1/2f_{\text{такт}}$  і кінцеве загасання для частот вище  $1/2f_{\text{такт}}$  (рис. 3.16,б). При цьому, на жаль, доводиться жертвувати частиною робочої смуги частот ПЦСЧ. ФНЧ є одним з найбільш критичних елементів системи з використанням ПЦСЧ.

У четвертому розділі дисертації представлено варіант апаратної реалізації ПЦСЧ із застосуванням зовнішнього ЦАП AD9772AASTZ, що має вбудовані антиалайзингові інтерполяційні фільтри з можливістю програмної конфігурування їх параметрів.

Збільшення частоти дискретизації в  $n$  разів у порівнянні з подвоєною



частотою верхньої межі робочого діапазону називають  $n$ -кратною передискретизацією. Головною корисною властивістю при застосуванні передискретизації є зменшення рівня шумів квантування, приведенного на робочу смугу частот. Рис. 3.17 демонструє, як передискретизація покращує відношення сигнал/шум вихідного сигналу ПЦСЧ. Рівень шумів квантування залежить від розрядності ЦАП, на рисунку цей рівень показаний заштрихованою площиною. У випадку застосування передискретизації площа залишається незмінною, однак на робочу смугу частот вихідного сигналу ПЦСЧ тепер припадає менша частина заштрихованої площі, що означає збільшення відношення сигнал/шум.

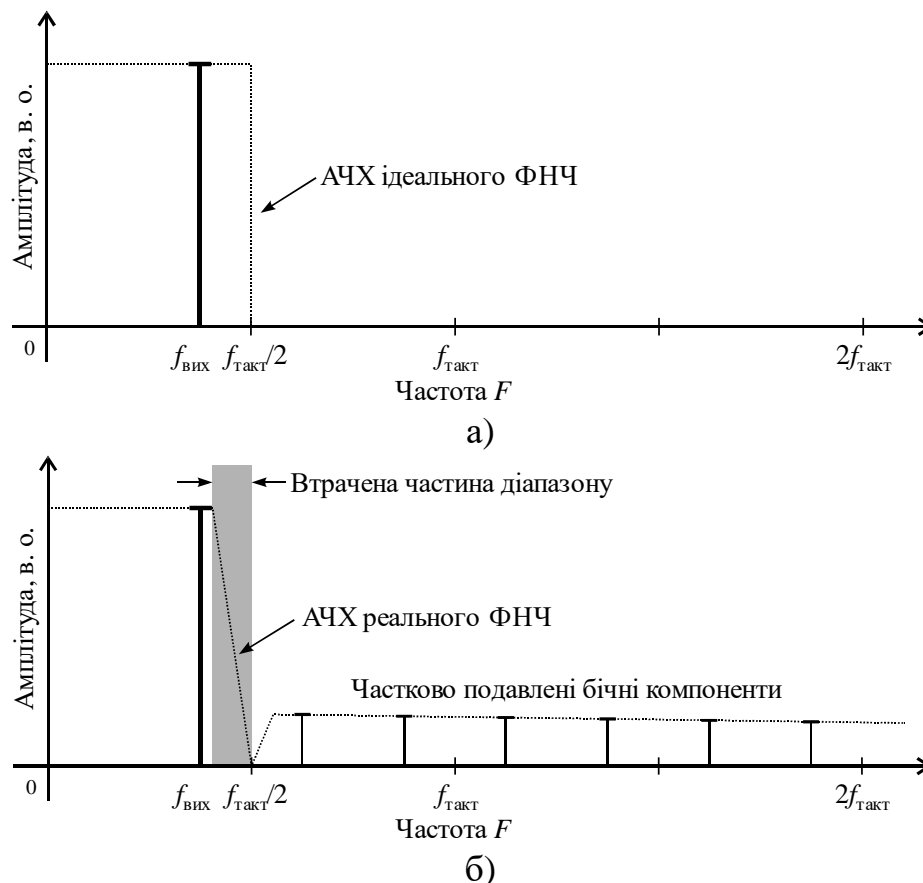


Рис. 3.16. АЧХ ідеального (а) та реального (б) антиалайзингового фільтра

Крім того, передискретизація дозволяє позбутися від бічних компонент  $n$ -го порядку, якщо  $f_{\text{такт}} > (n + 1)F_{\text{макс}}$ , де  $n$  – порядок бічного компонента, а  $F_{\text{макс}}$  – верхня межа робочого діапазону частот. У запропонованому ПЦСЧ застосовано 2-х кратну передискретизацію.

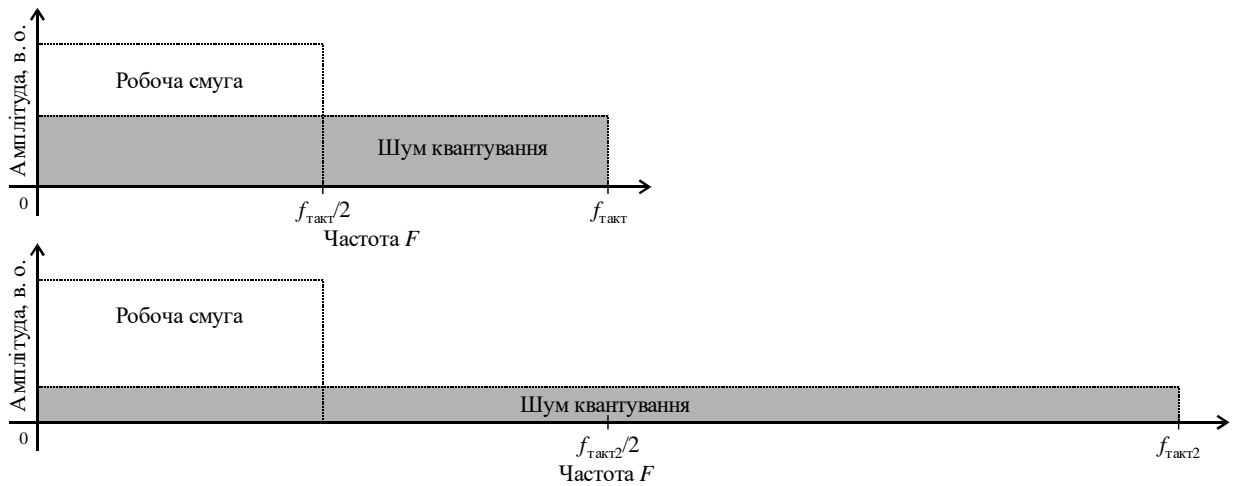


Рис. 3.17. Вплив двократної передискретизації на амплітуду шуму квантування

Схема формування імпульсних послідовностей у програмному редакторі ALTERA Quartus II Web Edition, що відповідає розробленому алгоритму приведена на рис. 3.18.

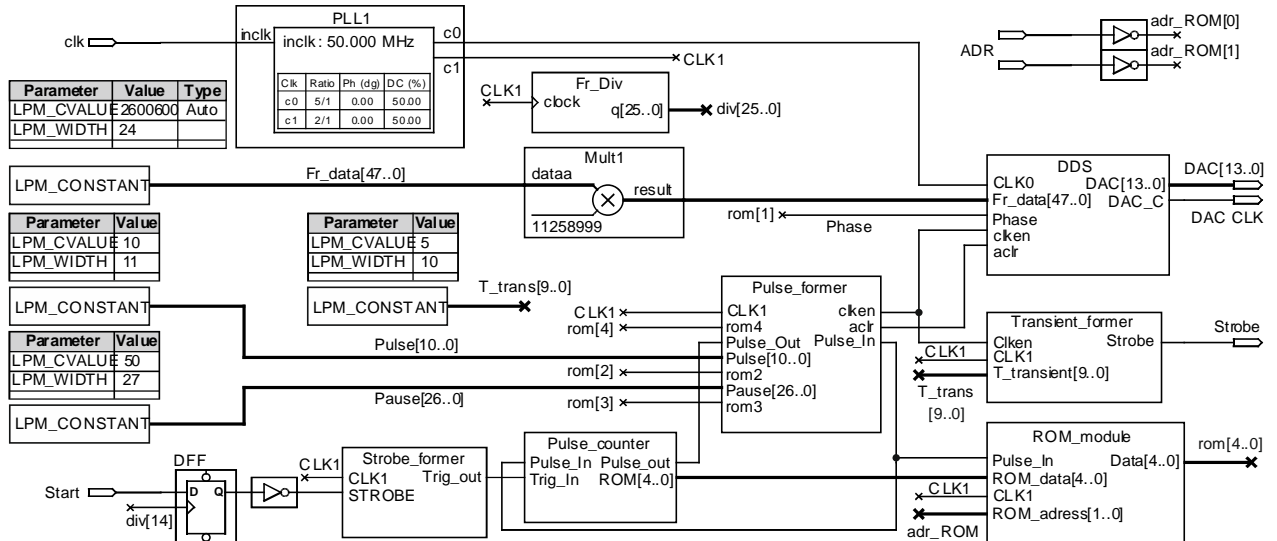


Рис. 3.18. Конфігураційна структура формувача імпульсних послідовностей, розроблена у програмному середовищі ALTERA Quartus II Web Edition

Помножувач «mult 1» забезпечує можливість введення вхідного коду частоти безпосередньо у вигляді числової константи відповідної передбачуваному числовому значенню частоти генерованого сигналу. Він

помножує вхідний код частоти  $K_1$  на константу  $K_2 = 11258999$ , що задає крок перебудови синтезатора величиною  $\Delta f = 10$  Гц.

Залежність частоти сигналу  $f_{\text{вих}}$  на виході генератора з числовим управлінням від опорної тактової частоти  $f_{\text{такт}}$ , розрядності акумулятора фази  $M$  та коду частоти  $K$  визначається наступним виразом [133]:

$$f_{\text{вих}} = \frac{K \times f_{\text{такт}}}{2^M}.$$

При цьому, крок перебудови частоти не залежить від її абсолютного значення і дорівнює:

$$\Delta f_{\text{вих}} = \frac{f_{\text{такт}}}{2^M}.$$

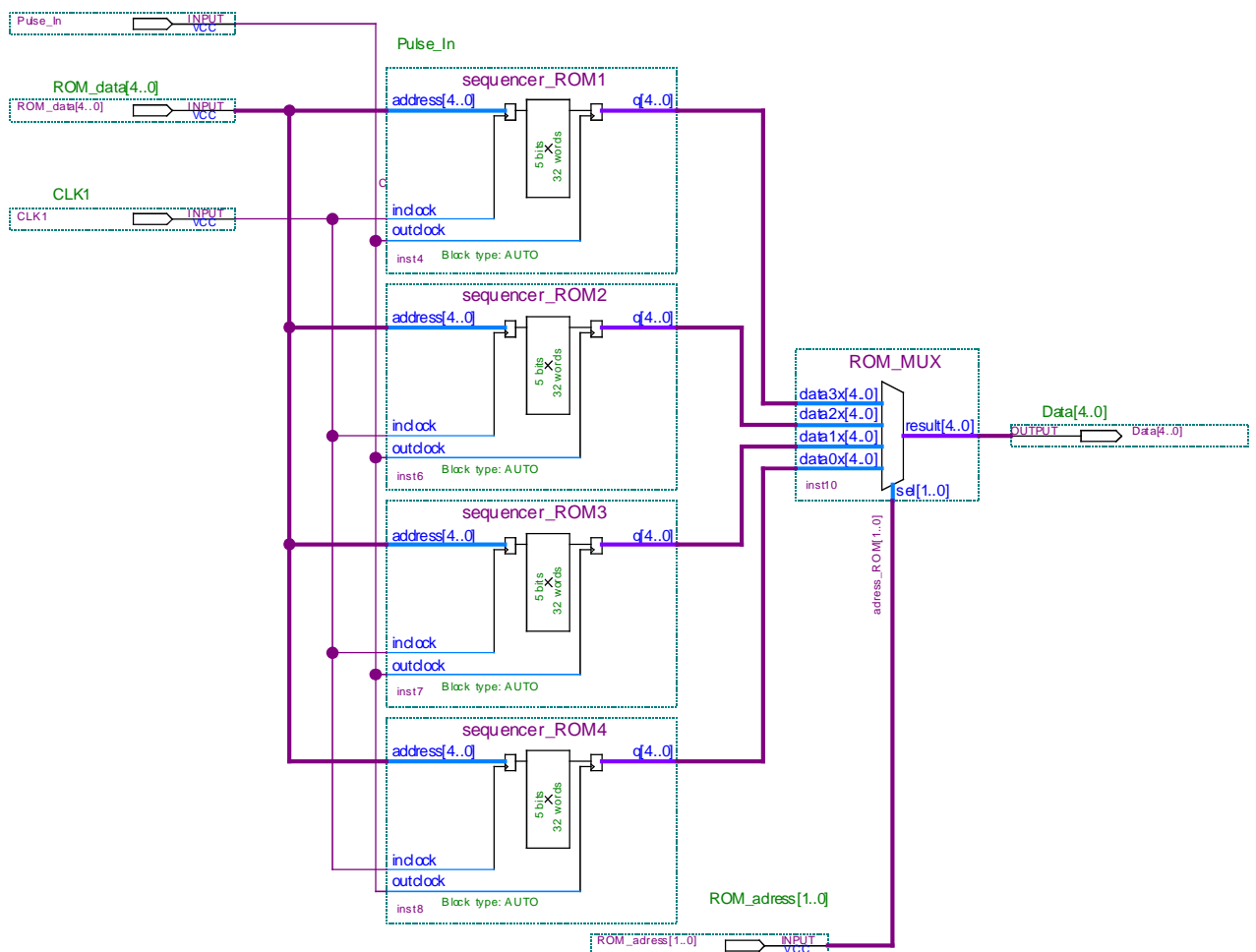
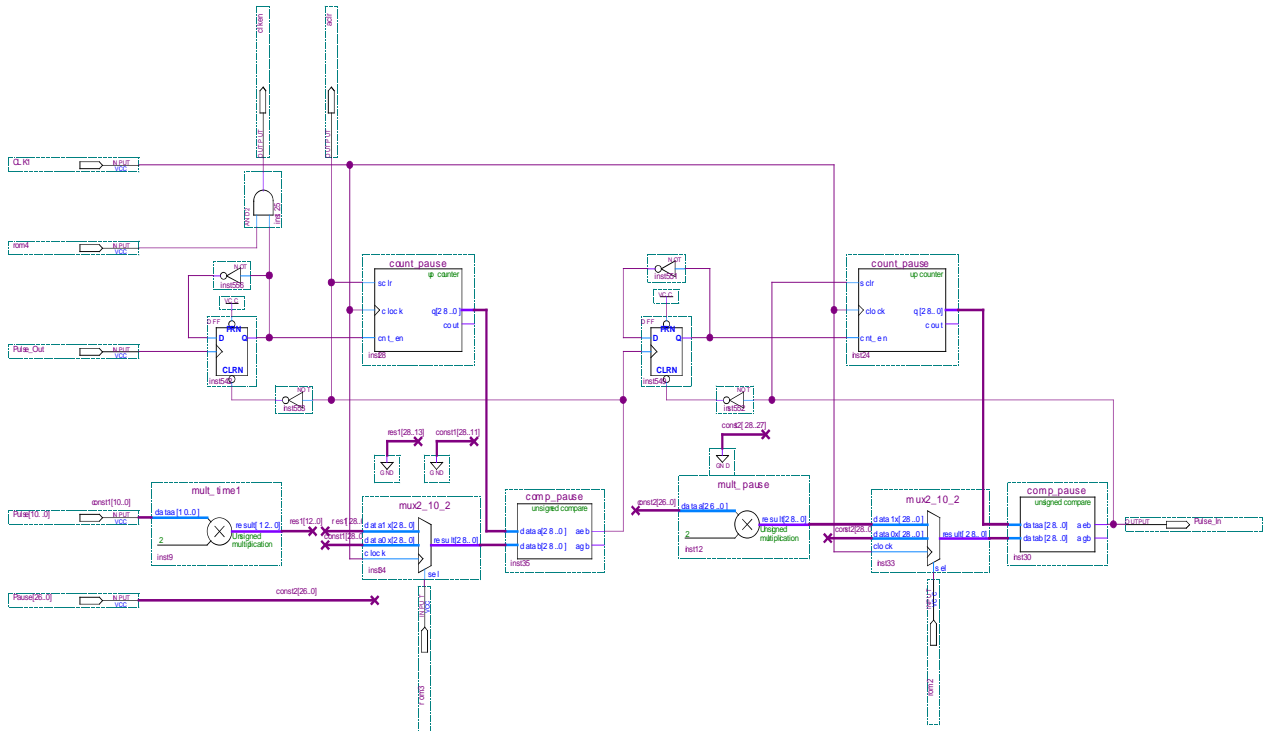


Рис. 3.19. Конфігураційна структура модуля ПЗП1 у програмному середовищі ALTERA Quartus II Web Edition



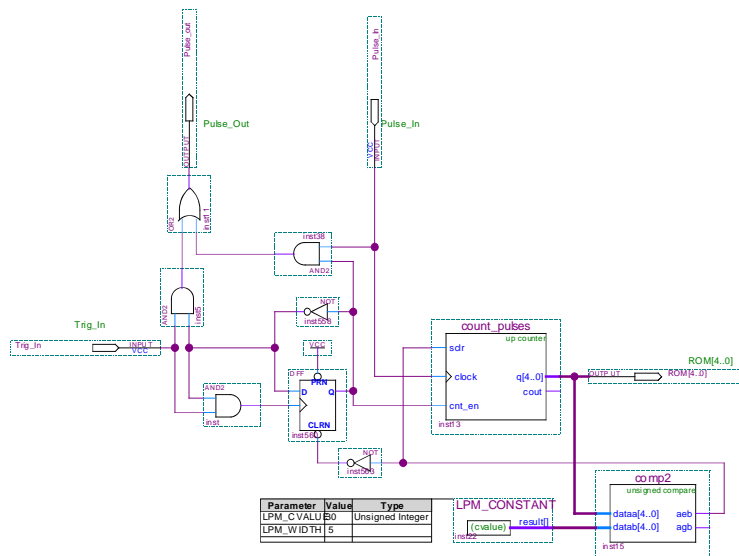
програмних даних послідовності імпульсів. Селекція необхідного типу імпульсної послідовності забезпечується вибором відповідної комірки пам'яті «sequencer\_ROM» у відповідності до коду на адресній шині ROM\_adress[1..0].



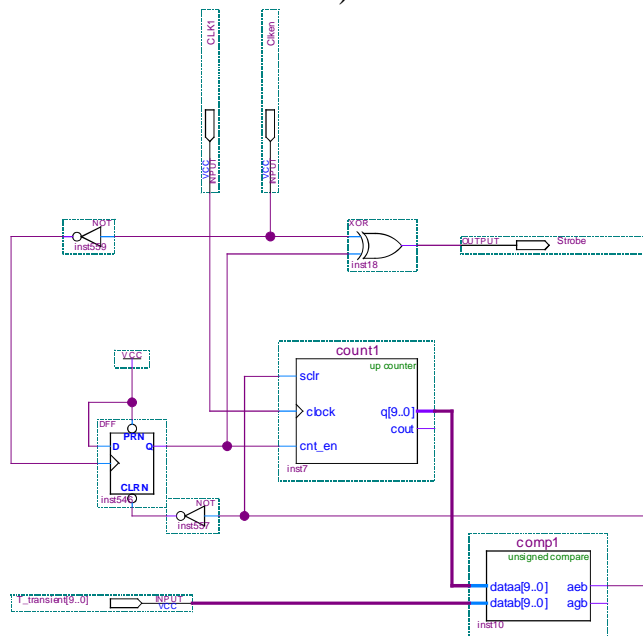
Структура фрагменту файлу записаного в ПЗПІ (рис. 3.20) відображає розташування інформаційних бітів у словах. Перший біт відповідає за наявність імпульсу у послідовності. Наступні біти надають можливість керування тривалостями імпульсів та пауз, їх початковими фазами та стартом активації ПЦСЧ.

Результати симуляції роботи розробленого алгоритму, здійсненої засобами програмного забезпечення Quartus Simulator Tool від ALTERA приведені на рис. 3.23. Із результатів моделювання випливає, що частота заповнення, початкові фази, тривалості імпульсів збудження та відповідних пауз у послідовності відповідають наперед заданим та записаним у ПЗПІ значенням.

Розроблений програмний алгоритм та відповідна йому конфігураційна структура ПЛІС для генерування мульти-імпульсних послідовностей збудження ЯКР також передбачають формування опорного сигналу для роботи синхронного детектора цифрового приймального тракту (рис. 3.23,10) та імпульсів стробування для керування пристроєм комутації вхідного кола радіоспектрометра (рис. 3.23,11).

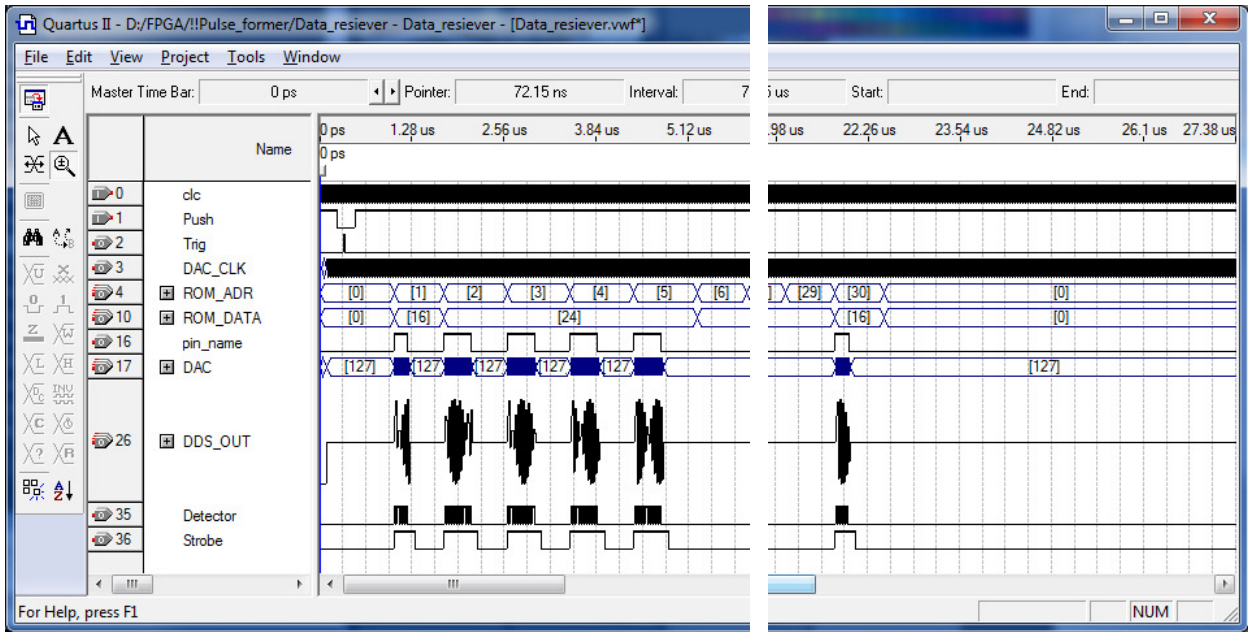


a)

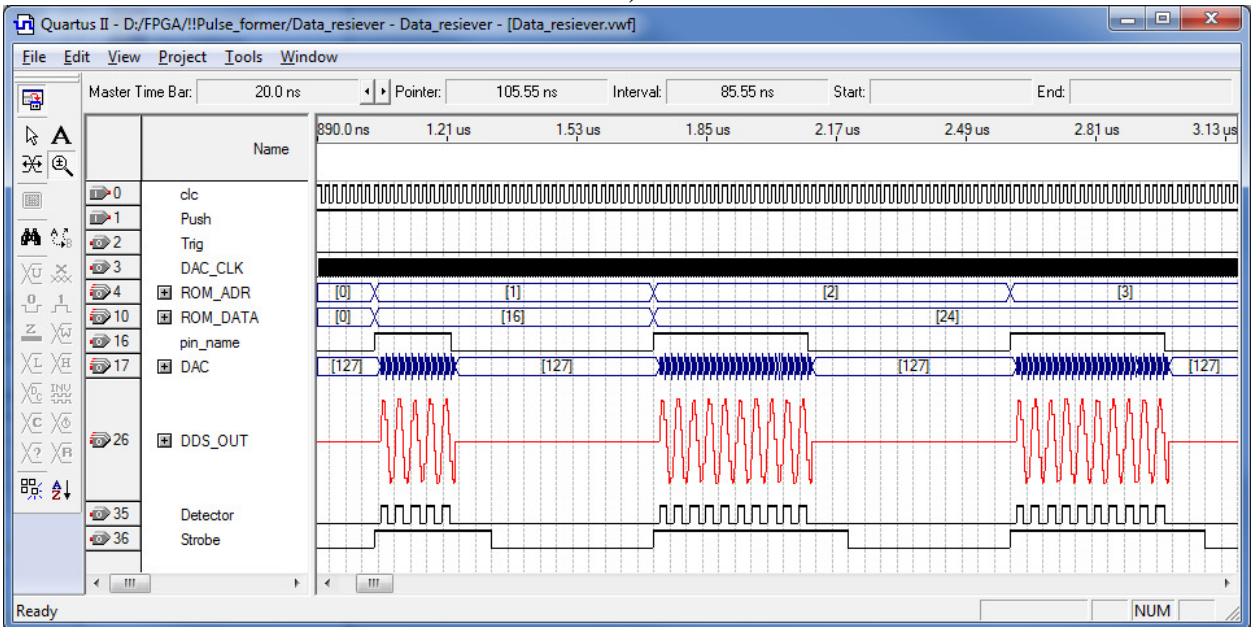


б)

Рис. 3.22. Конфігураційні структури субмодулів «Pulse\_counter» (a) та «Transient\_former» (б)



а)



б)

Рис. 3.23. Симуляція роботи пристрою для повного циклу формування послідовності з 30-ти імпульсів (а): 0 – тактові імпульси 50 МГц, 1 – стартовий імпульс, 2 – синхроімпульс, 3 – тактові імпульси 250 МГц, 4 – шина адресів пам'яті, 10 – шина даних пам'яті, 16 – імпульси керуванням запуску ПЦСЧ синтезатора, 17 – шина даних на ЦАП, 26 – симульований аналоговий сигнал, 35 – імпульси керування синхронним детектором, 36 – стробуючі імпульси стробування. Збільшений фрагмент (б) візуалізує діаграми для 1-3 імпульсів.

В роботі запропонованого формувача мульти-імпульсних послідовностей передбачена можливість встановлення проміжку в тривалості кожного імпульсу стробування для надійного шунтування приймального тракту, а відповідно і пригнічення перехідних процесів («дзвону») в приймальній котушці та вхідному колі спектрометра після дії потужного імпульсу збудження резонансу [134]. Дану функцію виконує модуль «Transient\_former», конфігураційна структура якого зображена на рис. 3.22,б.

### 3.4. Розроблення конфігураційної структури РППК приймача радіоспектрометра

Конфігурування структури ПЦСЧ та формувача імпульсних послідовностей проводилось за технологією оптимізації ресурсів програмованого кристалу. В результаті компілювання даних структур в ПЛІС EP4CE15E22C8 залишилось не задіяних ще близько 50 % апаратних конфігураційних ресурсів. В п. 2.3 розглядалась імітаційна модель ВЧ приймача імпульсного спектрометра ЯКР, в якому для реалізації квадратурного детектора з системою фільтрації та пригнічення квадратурних відбивань вибрана технологія РППК. В даному параграфі розглянемо принцип побудови конфігураційної структури, що забезпечує реалізацію РППК приймача з прямим оцифровуванням сигналу та його інтеграцію на базі решти вільних апаратних ресурсів EP4CE15E22C8.

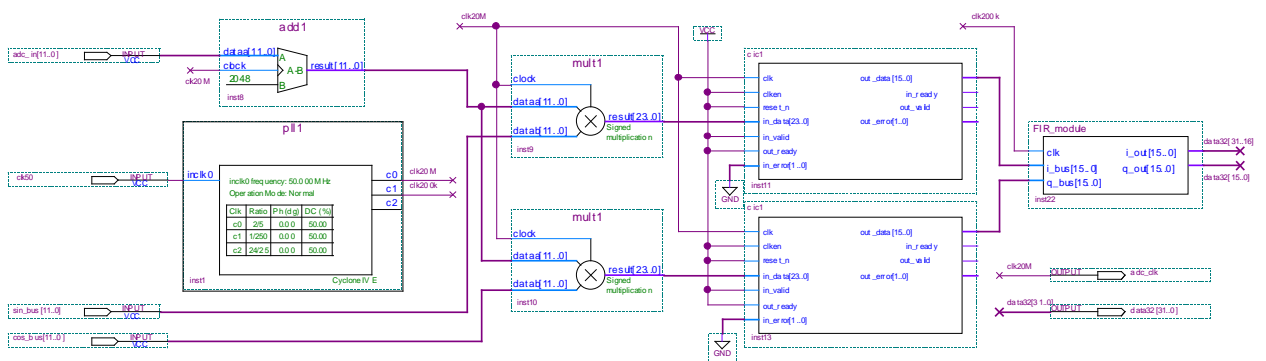


Рис. 3.24. Конфігураційна структура РППК приймача у програмному середовищі ALTERA Quartus II Web Edition



Конфігураційна структура РППК приймача спектрометра розроблена на основі його Simulink моделі (рис. 2.10) зображена на рис. 3.24. В структурі формувача імпульсних послідовностей вже є ПЦСЧ, вихідний сигнал якого використовуємо у якості опорного для перенесення спектру. Для реалізації цифрового квадратурного детектування в конфігураційну структуру ПЦСЧ добавлено таблицю перекодування для функції  $y = \cos(x)$ . Опорні сигнали поступають на входи помножувачів «mult1», де відбувається їх перемноження з інформаційним сигналом. Оскільки і дані з АЦП і опорні сигнали з ПЦСЧ є 12-розрядні, то в результаті помноження отримаємо 24-бітне число. Операція перемноження призведе до перенесення спектру сигналу в область НЧ. В такому випадку подальша робота з цифровим сигналом, який дискретизований 170 мільйонами вибірок за секунду є вже не доцільною і потрібно проводити передискретизацію на більш низьку частоту. Перед цією операцією необхідний ФНЧ. В конфігураційній структурі РППК (рис. 3.24) застосовано НІХ фільтр, який забезпечує зниження частоти дискретизації в 10 разів.

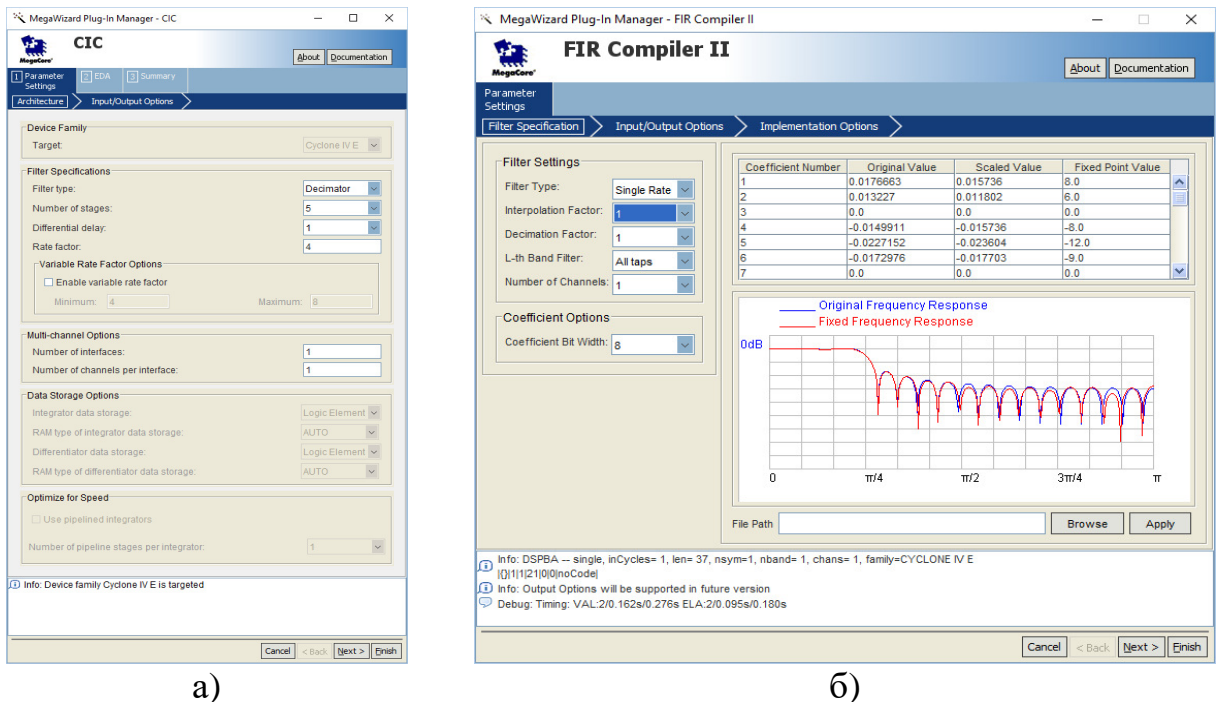


Рис. 3.25. Використання ALtera Quartus II Megafunction Wizard для створення та налаштування цифрових фільтрів: (а) – типу НІХ, (б) – типу СІХ

Модуль «сіс1», що виконує дану операцію розроблено засобами ALtera Quartus II Megafunction Wizard (рис. 3.25,а). Після НІХ фільтра розміщено СІХ фільтр, який компенсує пологий спад АЧХ. Коефіцієнти СІХ фільтра, які розраховувались в MATLAB, занесені в таблицю «FIR Compiler II» (рис. 3.25,б). Числові значення коефіцієнтів приведено в таблиці 3.2. Модуль паралельного двійкового суматора «add1» слугує для зміщення постійної складової даних, що поступають з виходу АЦП на величину рівну половині максимальної амплітуди інформаційного сигналу. Модуль «pll1» формує сигнали опорних частот: 170 МГц – для роботи АЦП, помножувачів, суматора та НІХ фільтрів; 17 МГц – для роботи СІХ фільтрів.

Таблиця 3.2.

Коефіцієнти компенсаційних СІХ фільтрів

Номер п/п	Числове значення	Номер п/п	Числове значення	Номер п/п	Числове значення
1	-53	32	-1083	63	1127
2	-102	33	-3042	64	2312
3	-92	34	-3369	65	1989
4	-20	35	-1477	66	604
5	79	36	1868	67	-877
6	150	37	4770	68	-1601
7	133	38	5173	69	-1293
8	17	39	2150	70	-311
9	-148	40	-3260	71	666
10	-257	41	-8232	72	1086
11	-214	42	-9398	73	814
12	-2	43	-4611	74	136
13	277	44	5700	75	-485
14	439	45	18379	76	-709
15	333	46	28765	77	-490
16	-42	47	32767	78	-42
17	-490	48	28765	79	333
18	-709	49	18379	80	439
19	-485	50	5700	81	277
20	136	51	-4611	82	-2
21	814	52	-9398	83	-214
22	1086	53	-8232	84	-257
23	666	54	-3260	85	-148
24	-311	55	2150	86	17
25	-1293	56	5173	87	133
26	-1601	57	4770	88	150
27	-877	58	1868	89	79
28	604	59	-1477	90	-20
29	1989	60	-3369	91	-92
30	2312	61	-3042	92	-102
31	1127	62	-1083	93	-53

### **3.5. Застосування статично-конфігурованої ПЛІС у цифровій системі керування радіоспектрометром ЯКР**

В даному параграфі описано є розроблення цифрової системи керування імпульсним спектрометром ЯКР [135] з можливістю оперативної зміни її конфігурації шляхом застосування статично-конфігурованої ПЛІС та синтаксису динамічних режимів логікових структур.

Для забезпечення оперативного контролю в процесі радіофізичного експерименту з використанням портативного спектрометра ЯКР і вибору його початкових умов необхідна наявність гнучкої системи керування спектрометром [136]. Серед основних функціональних задач такої системи варто виділити наступні:

- наявність пристрою запам'ятовування для запису даних про основні налаштування та режими роботи спектрометра;

- можливість введення даних за допомогою користувальницького інтерфейсу;

- зручне та водночас інформативне меню керування налаштуваннями, наявність графічного інтерфейсу для відображення інформації про стан та режими роботи спектрометра;

- наявність зв'язку з виконавчими модулями спектрометра через цифрову шину даних [137].

Для розроблення була вибрана недорога платформа Altera NIOS-EVALKIT-1C12, важливою перевагою якої є наявність апаратних засобів необхідних для виконання вище зазначених функціональних задач. Платформа містить ПЛІС EP1C12F324 сімейства Cyclone, мікросхему синхронного динамічного ОЗП об'ємом 16 МБ, мікросхему Flash-ПЗП об'ємом 8 МБ, генератор тактової частоти 24 МГц, 48 портів вводу-виводу, шини живлення 3,3 В і 5,0 В [138, 139].

Алгоритм роботи програмної частини запропонованої системи зображений на рис. 3.26. Початковим етапом є ініціалізація пристроїв вводу-виводу, опитування датчика температури, зчитування налаштувань із

зовнішньої пам'яті та наступний запис вихідних даних у реєстри пам'яті. В такому випадку система керування спектрометром забезпечує відображення основних параметрів на дисплеї та їх вивід на інтерфейсну шину.

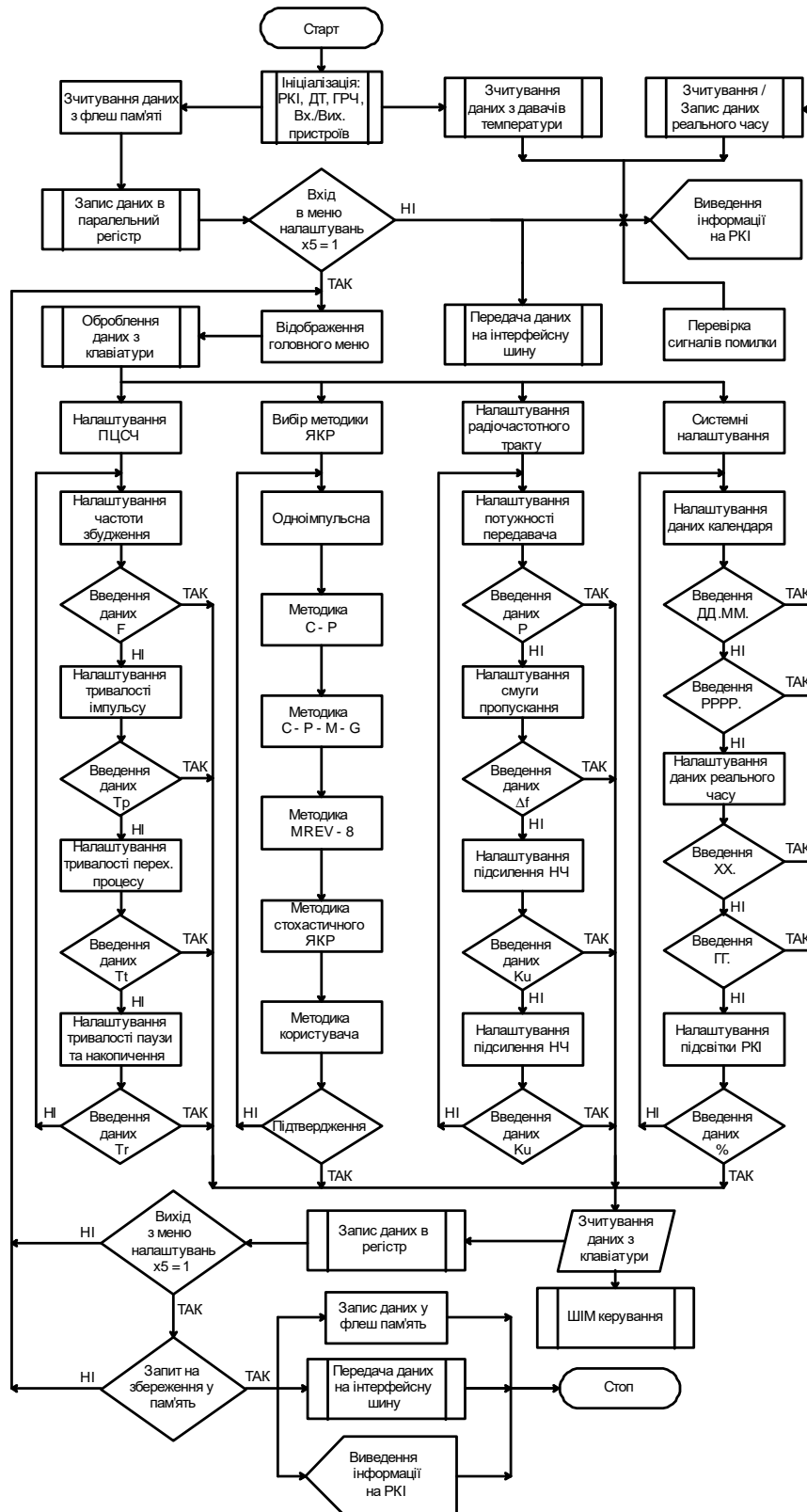


Рис. 3.26. Алгоритм роботи програми керування спектрометром

Для входу в режим програмних налаштувань необхідно коротко натиснути кнопку «меню». Алгоритм розробленої програми передбачає широкі можливості варіації робочих режимів радіоспектрометра ЯКР [136]:

- налаштування параметрів ПЦСЧ;
- налаштування формувача багатоімпульсних послідовностей;
- вибір типу методики збудження ЯКР;
- налаштування параметрів високочастотного тракту спектрометра та системи керування ним;
- мультисистемні налаштування.

По завершенні налаштувань при повторному натисканні на кнопку «меню» перевіряється виконання умови збереження даних. При її виконанні нові дані про налаштування системних параметрів спектрометра записуються в енергонезалежну пам'ять та транслюються на інтерфейсну шину спектрометра. По завершенні алгоритмічного циклу на рідкокристалічному дисплеї відображається головний екран.

Для реалізації наперед заданого алгоритму (рис. 3.26) синтезовано автомат кінцевих станів, алфавіт вихідних послідовностей якого  $Y = \{y_1, y_2[4:0], y_3\}$  визначається множиною станів машини  $S = \{s_0, s_1, s_2, \dots, s_{32}\}$ , а множина вхідних символів автомату задана алфавітом значень  $X = \{x_1, x_2, \dots, x_{5M}\}$  (табл. 3.3). Початковим є стан  $s_0 \in S$ . Під час оброблення вхідних символів машина спочатку переходить зі стану  $s_0$  в  $s_1 = f(s_0, x_1)$ . Процес триває до досягнення стану  $s_{32} = f(s_2 \vee s_3 \vee s_4 \vee s_5 \vee s_6, x_{10})$ . Така послідовність переходів формує вихідний алфавіт. Символ  $y_1 = g(s_0)$  відповідає переходу з  $s_0$  в  $s_1$ . Множина символів  $y_2[4:0] \in Y$  відповідає переходам між  $s_1$  та  $s_{31}$ . Символ  $y_{32} = g(s_2 \vee s_3 \vee s_4 \vee s_5 \vee s_6)$  відповідає переходу машини в стан  $s_{32}$ .

На рис. 3.27 приведений фрагмент діаграми станів машини у вигляді орієнтованого мультиграфа, що відповідає алгоритму на рис. 3.26 (для спрощення відображення перехідні стани не підписані). Повне графічне відображення синтезованого автомату кінцевих станів системи керування спектрометром приведено в додатках до дисертаційної роботи.

Таблиця 3.3.

## Множина станів та вхідних і вихідних послідовностей машини

Вхідні дані	Призначення входу $x_N$	Стани машини	Опис стану $s_N$	Вихідні дані
$x_1$	Таймер ініціалізації	$s_1$	Ініціалізація	$y_1 = 1$
		$s_2$	Старт методики №1	$y_2[4:0] = 'b00000$
$x_2$	Завантаження методики	$s_3$	Старт методики №2	$y_2[4:0] = 'b00001$
		$s_4$	Старт методики №3	$y_2[4:0] = 'b00010$
$x_3$	Таймер збереження	$s_5$	Старт методики №4	$y_2[4:0] = 'b00011$
		$s_6$	Старт методики №5	$y_2[4:0] = 'b00100$
$x_4$	Таймер виходу	$s_7$	Налаштування синтезатора	$y_2[4:0] = 'b00101$
		$s_8$	Вибір методики	$y_2[4:0] = 'b00110$
$x_5$	Команда увійти у меню	$s_9$	Налаштування ВЧ тракту	$y_2[4:0] = 'b00111$
		$s_{10}$	Системні налаштування	$y_2[4:0] = 'b01000$
$x_6$	Команда вверх	$s_{11}$	Вибір частоти збудження	$y_2[4:0] = 'b01001$
		$s_{12}$	Вибір тривалості імпульсу	$y_2[4:0] = 'b01010$
$x_7$	Команда вниз	$s_{13}$	Час перехідного процесу	$y_2[4:0] = 'b01011$
		$s_{14}$	Вибір тривалості паузи	$y_2[4:0] = 'b01100$
$x_8$	Команда підтвердження	$s_{15}$	Одноімпульсна методика	$y_2[4:0] = 'b01101$
		$s_{16}$	Методика С - Р	$y_2[4:0] = 'b01110$
$x_9$	Команда відхилення	$s_{17}$	Методика С - Р - М - G	$y_2[4:0] = 'b01111$
		$s_{18}$	Методика MREV - 8	$y_2[4:0] = 'b10000$
$x_{10}$	Таймер режиму сну	$s_{19}$	Методика стохастичного ЯКР	$y_2[4:0] = 'b10001$
		$s_{20}$	Користувальницька методика	$y_2[4:0] = 'b10010$
$x_{11}$	Вихід з режиму сну	$s_{21}$	Інтенсивність збудження	$y_2[4:0] = 'b10011$
		$s_{22}$	Смуга пропускання	$y_2[4:0] = 'b10100$
$x_{1M}$	Активація методики №1	$s_{23}$	Підсилення НЧ сигналу	$y_2[4:0] = 'b10101$
		$s_{24}$	Фаза опорного сигналу	$y_2[4:0] = 'b10110$
$x_{2M}$	Активація методики №2	$s_{25}$	Встановлення системної дати	$y_2[4:0] = 'b10111$
		$s_{26}$	Встановлення системного часу	$y_2[4:0] = 'b11000$
$x_{3M}$	Активація методики №3	$s_{27}$	Яскравість дисплея	$y_2[4:0] = 'b11001$
		$s_{28}$	Тривалість режиму сну	$y_2[4:0] = 'b11010$
$x_{4M}$	Активація методики №4	$s_{29}$	Запит збереження параметрів	$y_2[4:0] = 'b11011$
		$s_{30}$	Не зберігати	$y_2[4:0] = 'b11100$
$x_{5M}$	Активація методики №5	$s_{31}$	Зберігати	$y_2[4:0] = 'b11101$
		$s_{32}$	Режим сну, заставка	$y_3 = 1$

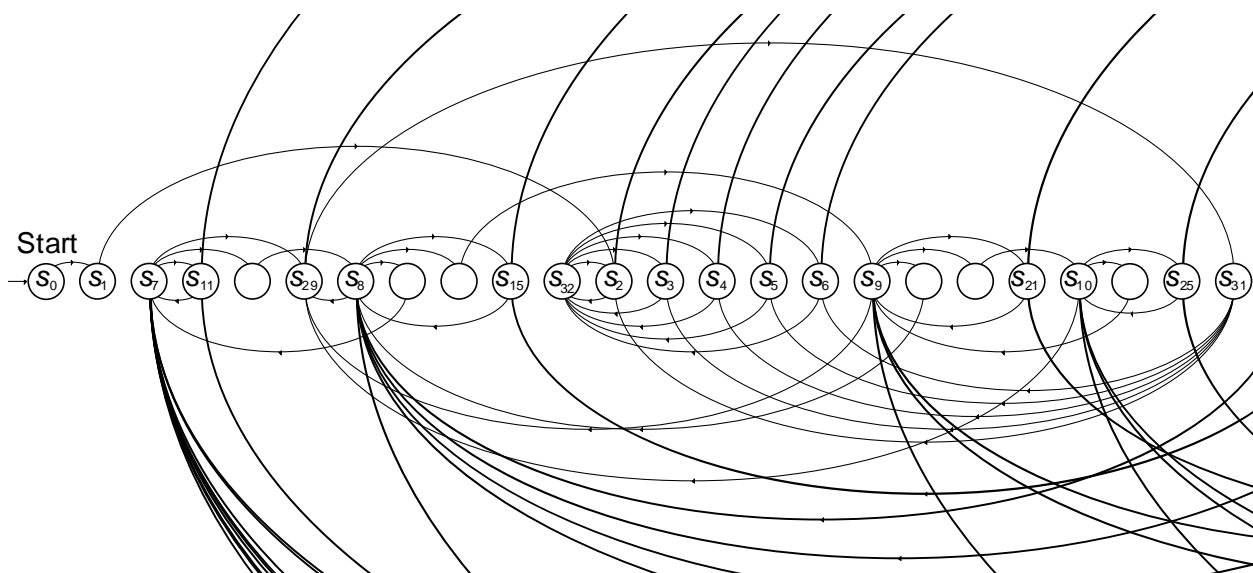


Рис. 3.27. Діаграма станів синтезованого автомату кінцевих станів програми керування спектрометром ЯКР

Функції переходів  $f: S \times X \rightarrow S$  та функції виходів  $g: S \rightarrow Y$  автомату кінцевих станів описані на мові VHDL. Код розробленої програми керування спектрометром приведений в додатку до дисертаційної роботи. Фрагмент програмного коду наведено нижче.

```
-- Copyright (C) 1991-2010 Altera Corporation
LIBRARY ieee;
USE ieee.std_logic_1164.all;

ENTITY ALG1 IS
  PORT (
    reset : IN STD_LOGIC := '0';
    clock : IN STD_LOGIC;
    x1 : IN STD_LOGIC := '0';
    x2 : IN STD_LOGIC := '0';
    x3 : IN STD_LOGIC := '0';
    x4 : IN STD_LOGIC := '0';
    x6 : IN STD_LOGIC := '0';
    x7 : IN STD_LOGIC := '0';
    x8 : IN STD_LOGIC := '0';
    x9 : IN STD_LOGIC := '0';
    x10 : IN STD_LOGIC := '0';
    x11 : IN STD_LOGIC := '0';
    xM1 : IN STD_LOGIC := '0';
    xM2 : IN STD_LOGIC := '0';
    xM3 : IN STD_LOGIC := '0';
    xM4 : IN STD_LOGIC := '0';
    xM5 : IN STD_LOGIC := '0';
    y1 : OUT STD_LOGIC;
    y2 : OUT STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0);
    y3 : OUT STD_LOGIC;
    y4 : OUT STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0);
  );
END ALG1;
```

```
PROCESS
(fstate,reset,x1,x2,x3,x4,x6,x7,x8,x9,x10,x11,xM1,xM2,xM3,x
M4,xM5)
BEGIN
  IF (reset='1') THEN
    reg_fstate <= Start;
    reg_y2 <= "00000";
    reg_y4 <= "00000";
    y1 <= '0';
    y3 <= '0';
    y5 <= '0';
  ELSE
    y1 <= '0';
    reg_y2 <= "00000";
    y3 <= '0';
    reg_y4 <= "00000";
    y5 <= '0';
    CASE fstate IS
      WHEN Start =>
        IF ((x1 = '1')) THEN
          reg_fstate <= Logo;
          -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
        ELSE
          reg_fstate <= Start;
        END IF;
      WHEN Logo =>
        IF ((x2 = '1')) THEN
          reg_fstate <= Main1;
          -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
        END IF;
    END CASE;
  END IF;
END PROCESS;
```

```

ARCHITECTURE BEHAVIOR OF ALG1 IS
  TYPE type_fstate IS
  (Start,Logo,Main1,Menu1,Menu2,Menu3,Menu4,SAVE,YES,N
  O,DDS1,DDS2,DDS3,DDS4,NQR1,NQR2,NQR3,NQR4,NQR5
  ,NQR6,RF1,RF2,RF3,RF4,Sys1,Sys2,Sys3,Sys4,Screen_sav,Ma
  in2,Main3,Main4,Main5,Main1_1,Menu1_2,Menu2_1,Menu2_3
  ,Menu3_2,Menu3_4,Menu4_3,DDS1_2,DDS2_1,DDS2_3,DDS
  3_2,DDS3_4,DDS4_3,NQR1_2,NQR2_1,NQR2_3,NQR3_2,N
  QR3_4,NQR4_3,NQR4_5,NQR5_4,NQR5_6,NQR6_5,RF1_2,R
  F2_1,RF2_3,RF3_2,RF3_4,RF4_3,Sys1_2,Sys2_1,Sys2_3,Sys3
  _2,Sys3_4,Sys4_3,Main2_1,Main3_1,Main4_1,Main5_1);
  SIGNAL fstate : type_fstate;
  SIGNAL reg_fstate : type_fstate;
  SIGNAL reg_y2 : STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0)
:= "00000";
  SIGNAL reg_y4 : STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0)
:= "00000";
BEGIN
  PROCESS (clock,reg_fstate,reg_y2,reg_y4)
  BEGIN
    IF (clock='1' AND clock'event) THEN
      fstate <= reg_fstate;
      y2 <= reg_y2;
      y4 <= reg_y4;
    END IF;
  END PROCESS;

```

```

ELSE
  reg_fstate <= Logo;
END IF;
.....
reg_y2 <= "00011";
WHEN Main5_1 =>
  IF (((x6 = '0') AND (x11 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= Main5_1;
  END IF;

  reg_y2 <= "00100";
  WHEN OTHERS =>
    y1 <= 'X';
    reg_y2 <= "XXXXX";
    y3 <= 'X';
    reg_y4 <= "XXXXX";
    y5 <= 'X';
    report "Reach undefined state";
  END CASE;
END IF;
END PROCESS;
END BEHAVIOR;

```

Конфігураційна структура ПЛІС (рис. 3.28) розроблена в САПР Quartus II Web Edition з використанням методу комплексного графічно-синтаксисного програмування.

У даній структурі головний модуль «core», побудований на основі автомату кінцевих станів (рис. 3.27) та додаткових субмодулів комбінаційної (lpm\_mult, lpm\_decode, lpm\_compare, lpm\_mux) і послідовної (dff, latch, lpm\_ff, lpm\_counter) логіки, у відповідності до вихідних даних з модуля ініціалізації клавіатури «key\_ini», забезпечує виконання функцій заданих програмним алгоритмом та виведення необхідних для роботи інших модулів структури сигналів керування – Data\_State[4..0]; Init\_Enable; Logo/Main; Main/Screen; Digits (Pulse1-5, DDS, RF, SYS). Модуль синхронної динамічної пам'яті «Data\_Memory» використовується для зберігання та подальшої переадресації модулем «BUS\_Controller» на виконавчі пристрої спектрометра введених з клавіатури числових даних [91, 136]. Регістри даних для зберігання налаштувань параметрів спектрометра реалізовані на основі бібліотеки мегафункцій LPM\_DFF (паралельний регістр). Запис даних в регістри здійснюється відповідно до коду на адресній шині. Таким чином,





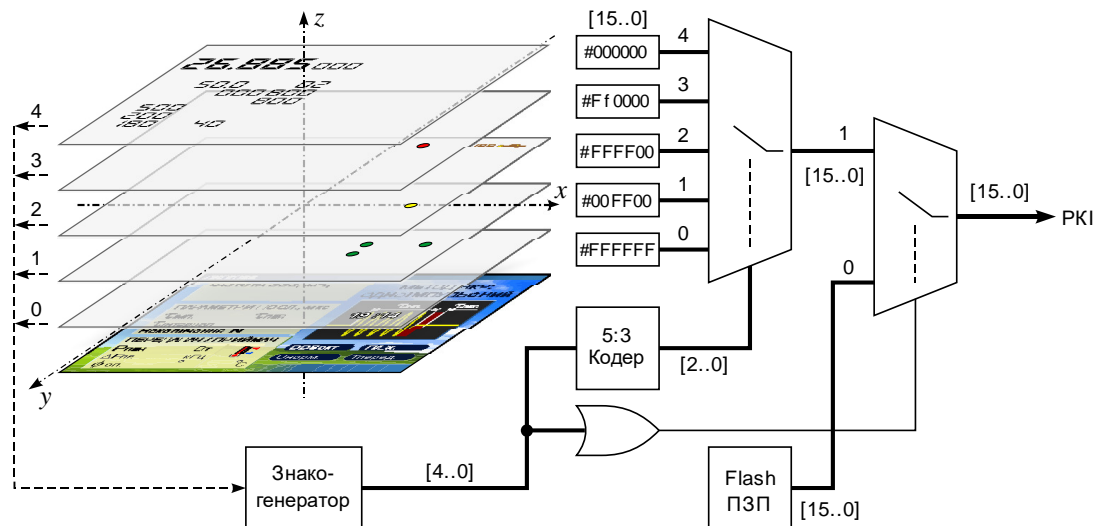


Рис. 3.29. Принцип мультиплексування графічних даних

Структурний сегмент конфігураційної структури одного із модулів знакогенератора «Character\_Graphics\_Module», що відповідає одному видимому символу на екрані РКІ, приведений на рис. 3.30. Головним елементом даного модуля, що містить дані про графічне представлення 10-ти цифр від 0 до 9 є блок вбудованої в ПЛІС М4К-пам'яті «ROM\_Big\_mod», обсягом 109 кбіт. Послідовне посторінкове зчитування графічних символів забезпечується подаванням 11-розрядного коду на адресну шину пам'яті. Адресація окремих сторінок пам'яті забезпечується додаванням мультиплексованої числової константи до початкової адреси першого символу, що змінюється при зміні даних на шині DATA[3..0]. Для шрифтів з іншим графічним представленням сформовано свої окремі файли типу \*.hex, що записані у М4К-пам'ять відповідних їм модулів знакогенераторів. Ініціалізація контролера РКІ TD035STEB2 та виведення графіки через шістнадцяти-бітну шину даних забезпечується чіткою послідовністю виконання наступних операцій [140]:

- подача тактового сигналу частотою 6,5 МГц;
- подача імпульсу синхронізації у рядку тривалістю 2 мкс на лінію DE;
- виведення даних кольору першого пікселя першого рядка на паралельну шину [15..0];

- виведення даних кольору 240-го пікселя першого рядка на паралельну шину [15..0];
- виведення даних кольору 240-го пікселя першого рядка на паралельну шину [15..0];
- подача імпульсу синхронізації у кадрі тривалістю 12 мкс на лінію DE;
- виведення даних кольору першого пікселя другого рядка на паралельну шину [15..0];
- виведення даних кольору 240-го пікселя 320-го рядка на паралельну шину [15..0];
- виведення даних кольору 240-го пікселя 320-го рядка на паралельну шину [15..0];
- встановлення ліній шини [15..0] у стан високого імпедансу.

Зчитування даних температури починається з підпрограми ініціалізації, що формує імпульс скидання тривалістю 30 мкс та приймає імпульси присутності тривалістю 60 – 240 мкс.

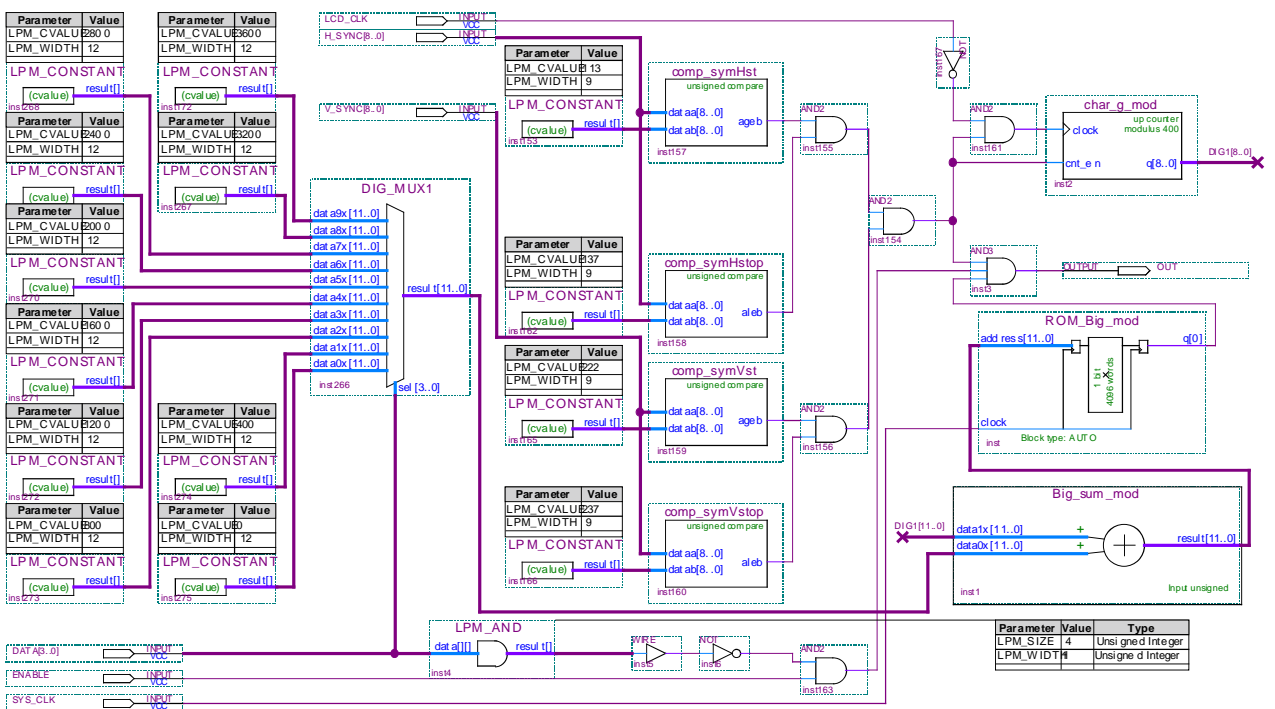


Рис. 3.30. Структурний сегмент модуля знакогенератора у вікні редактора схем САПР Quartus II

Інші процедури та функції конфігураційної структури запропонованої системи реалізовані засобами Megafunction з використанням бібліотек параметризованих модулів Library of Parameterized Modules (LPM). Експериментальні дослідження системи керування радіоспектрометром ЯКР, розробленої на основі синтезованого автомату кінцевих станів, описані в четвертому розділі дисертації.

Компіляція проекту в Quartus II Web Edition показала, що розроблена конфігураційна структура використала 3699 (31 %) базових логічних блоків і 160 кбіт (68 %) пам'яті ПЛІС EP1C12F324.

### **Висновки до 3-го розділу**

1. Програмовані логікові інтегральні схеми надають широкі можливості для конфігурування радіоелектронних систем, як на етапі розроблення, так і після виготовлення. Оперативне конфігурування, особливо на етапі виробництва обладнання, що дозволяє диференціювати кінцеву електронну систему, при одночасному зменшенні витрат та проектних ризиків, суттєво пришвидшує час виходу продукту на ринок. Сучасні статично-конфігуровані ПЛІС пропонують множину додаткових функцій, що включають вбудовані мікропроцесори (системи на кристалі СНК-ПЛІС), модулі пам'яті, цифрові сигнальні процесори, високошвидкісні інтерфейси та інші важливі функціональні блоки.

2. Проведено параметричне оцінювання ефективності використання основних методів генерування гармонічного синусоїдального коливання для синтезу цифрових періодичних сигналів на основі вбудованих апаратних систем. Перевагами цифрових синтезаторів частот на основі прямого табличного синтезу з лінійною інтерполяцією аргументу коливальної функції для дробових значень приросту фази є проста апаратно-програмна реалізація та низький рівень нелінійних спотворень вихідного сигналу. Недоліком даних пристроїв є спотворення форми генерованого сигналу.

3. Перевагами цифрових синтезаторів частот із апаратним обчислювальним ядром CORDIC в якості перетворювача фаза-амплітуда є найнижчий рівень нелінійних спотворень генерованого сигналу та підвищення точності форми сигналу за рахунок збільшення кількості ітерацій алгоритму. Недоліком є зростання обчислювальних навантажень та часу обчислення при збільшенні числа ітерацій. CORDIC алгоритм мінімізує необхідність використовуваних помножувачів, тому може застосовуватися у випадку, якщо вони є мало ефективні або взагалі відсутні в наявному апаратному забезпеченні.

4. На основі ПЛІС Altera Cyclone IV розроблено багатofункціональний формувач імпульсних послідовностей для Фур'є-спектрометра ЯКР. Результати симуляції в САПР Quartus II показали, що запропонована конфігураційна структура забезпечує формування імпульсних послідовностей, необхідних для проведення релаксаційних досліджень у діапазоні частот 1 – 50 МГц.

5. Запропонований програматор формування одно, двох і багатоімпульсних послідовностей, що забезпечують проведення експериментів з вимірювання часів релаксації методами Хана, Карра-Парселла, Мейбума-Гілла та ін. Завдяки широкому діапазону зміни довжин імпульсів і можливості формування різних послідовностей даний програматор забезпечує зміну параметрів  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_2^*$ . Цифрове формування імпульсних послідовностей забезпечує високу стабільність і точність усіх часових співвідношень. Програматор забезпечує фазову прив'язку високочастотного заповнення відео імпульсів до їх фронтів.

6. Алгоритм функціонування та структура формувача імпульсних послідовностей на базі ПЛІС EP4CE15E22C8 в перспективі можуть бути використані при створенні нових багатоімпульсних методик для портативних систем реєстрації подвійних ЯКР-ЯМР і ЯКР-ЯКР резонансів, багатомірної ЯКР спектроскопії, ЯКР-томографії напівпровідникових приладів твердотільної електроніки.

7. На основі програмного та апаратного забезпечення фірми Altera та систем автоматизованого проектування Quartus II і Altium Designer розроблено конфігураційні структури ПЛІС для реалізації цифрового синтезатора частот, програматора багатоімпульсних послідовностей, приймального тракту з прямим оцифровуванням сигналу та функціональної системи керування радіоспектрометром.

8. Розроблено цифрову багатофункціональну систему керування імпульсним Фур'є радіоспектрометром ЯКР лабораторного типу, головні апаратно-програмні методи якої реалізовано з використанням ПЛІС із статичною конфігурацією EP1C12F324. Основою алгоритму конфігураційної структури ІС є синтезований автомат кінцевих станів, алфавіт вихідних послідовностей  $Y$ , якого визначається множиною станів машини  $S$ , а множина вхідних символів задана алфавітом  $X$ . Функції переходів  $f: S \times X \rightarrow S$  та функції виходів  $g: S \rightarrow Y$  автомату кінцевих станів описані на мові VHDL.

## РОЗДІЛ 4

### Схемотехнічна реалізація моделей функціональних модулів радіоспектрометра та їх експериментальні дослідження

#### 4.1. Вхідний вузол радіоспектрометра ЯКР

До давача ЯКР висуваються досить жорсткі вимоги. Він повинен мати достатньо малі розміри, витримувати великі напруги ВЧ, швидко відновлювати чутливість після дії потужного імпульсу збудження.

Виконати зазначені вимоги можна, реалізувавши давач ЯКР за принципом, що зображений на рис. 4.1. Досліджуваний зразок знаходиться в котушці  $LI$  ВЧ контуру, що налаштовується конденсатором  $CI$  на частоту резонансу (ларморову частоту).

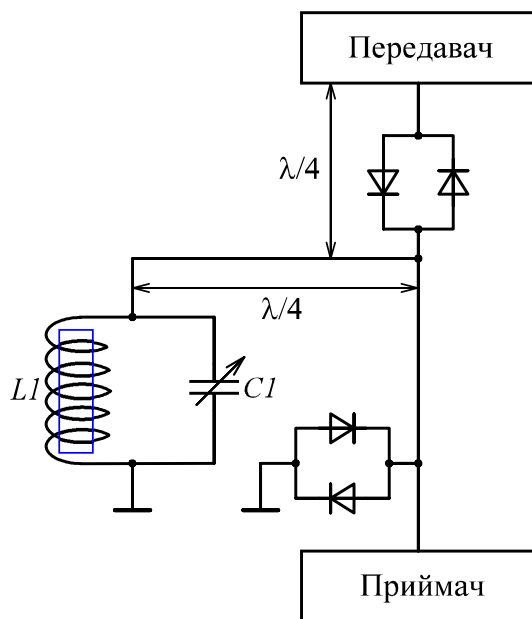


Рис. 4.1. Давач сигналів ЯКР

Контур фізично зв'язаний, як з імпульсним передавачем, так і з вхідною частиною спектрометра.

Напруженість ВЧ поля  $H_1$  в зразку виражається формулою:

$$H_1 \approx 3(PQ/v_0V)^{\frac{1}{2}};$$

або

$$H_1 \approx 3,7(PT_r/V)^{\frac{1}{2}},$$

де  $P$  – потужність передавача у ватах,  $\nu_0$  – резонансна частота в мГц,  $V$  – об’єм котушки в кубічних сантиметрах,  $T_r$  – час наростання чи спаду огинаючої ВЧ імпульсу в мкс.

Максимальне значення  $H_1$  – не єдина величина, яку необхідно оптимізувати. Необхідно врахувати також однорідність  $H_1$ , час наростання та спаду огинаючої ВЧ імпульсу і чутливість схеми (відношення сигнал/шум) під час проходження через неї сигналу СВІ.

Розглянувши формулу для  $H_1$  можна побачити, що для отримання сильного ВЧ поля, об’єм котушки необхідно звести до мінімуму, а добротність повинна бути якомога більшою. Добротність  $Q$  паралельного коливального контуру  $RLC$  виражаємо формулою:

$$Q = R/2\pi\nu_0L = R/\omega_0L,$$

де  $R$  – опір в омах,  $\nu_0$  – частота в Гц,  $L$  – індуктивність в Гн.

Тому бажано щоб передаюча котушка під час дії імпульсу збудження мала великий опір і малу індуктивність. Але на початку і в кінці дії імпульсу краще було б мати малу  $Q$ , так як час наростання і спаду зв’язані з  $Q$  відношенням:

$$Q \approx 1,5\nu_0T_r.$$

Відношення сигнал/шум в імпульсному експерименті залежить від ряду параметрів:

$$S/N \sim \zeta\gamma I(I+1)C(QV\nu_0T_2/\beta T_1)^{\frac{1}{2}}, \quad (4.1)$$

де  $\zeta$  – коефіцієнт заповнення приймальної котушки,  $\gamma$  – гіромагнітне відношення відповідного резонуючого ядра,  $I$  – спінове квантове число ядра,  $C$  – складова константа в яку входять декілька коефіцієнтів,  $T_1$  і  $T_2$  – часи спін-граткової та спін-спінової релаксації,  $\beta$  – смуга пропускання системи приймач-детектор.

З виразу (4.1) видно, що для оптимізації відношення сигнал/шум бажано мати великий об’єм досліджуваного зразка і велику добротність  $Q$



паралельного коливального контуру  $RLC$ .

Є також обмеження  $Q < 1,5 \nu_0 t$ , де  $t$  – час за який сигнал СВІ встигає помітно змінитись.

Отже, якщо порівняти велике значення  $Q$ , що потрібне для приймача та мале  $Q$  для передавача, то видно, що при виборі добротності необхідно задовольняти суперечливі вимоги. Деякий компроміс необхідний і для об'єму котушки зразка. Крім того, для досягнення найбільшої чутливості приймача, індуктивність приймальної котушки повинна бути велика.

Застосування чвертьхвильових відрізків кабелю і зустрічно-паралельних пар діодів забезпечує швидку зміну  $Q$  системи при вмиканні та вимиканні імпульсу, отже вдається отримати майже оптимальні значення напруженості поля  $H_1$  і чутливості.

Призначення вхідної частини спектрометра полягає в тому, щоб на дуже короткий час (1 мкс – 20 мкс) подати потужний радіоімпульс з високочастотним заповненням на котушку із зразком і негайно перейти на прийом сигналу спінової індукції квадрупольних ядер. Проблема полягає в усуненні перевантаження приймального тракту під час дії імпульсу зондування і придушенні вільних коливань після його закінчення. Останнє обумовлено залишковим «дзвоном» коливального контуру і може істотно збільшити «мертву» зону прийому сигналу індукції або навіть повністю виключити його прийом та підсилення. У розробленому портативному імпульсному спектрометрі ЯКР запропоновано варіант приймаючого вузла, спрощена схема якого представлена на рис. 4.2.

Для розв'язки приймального контуру і передавача під час відсутності імпульсу збудження застосовані зчєтверені групи діодів  $VD1 - VD14$  типу 1N4148, навантажені на резистори номіналом 1 кОм ( $R2, R3$ ). Об'єднання попарно з'єднаних діодів у групи обумовлено необхідністю проходження струму до  $\sim 4$  А в котушку під час дії імпульсу збудження. Призначення такого кола полягає в ослабленні просочування несучої частоти і шуму через

ємності діодів з боку передавача ( $T_p$ ), а також у частковому придушенні «дзвону» коливального контуру.

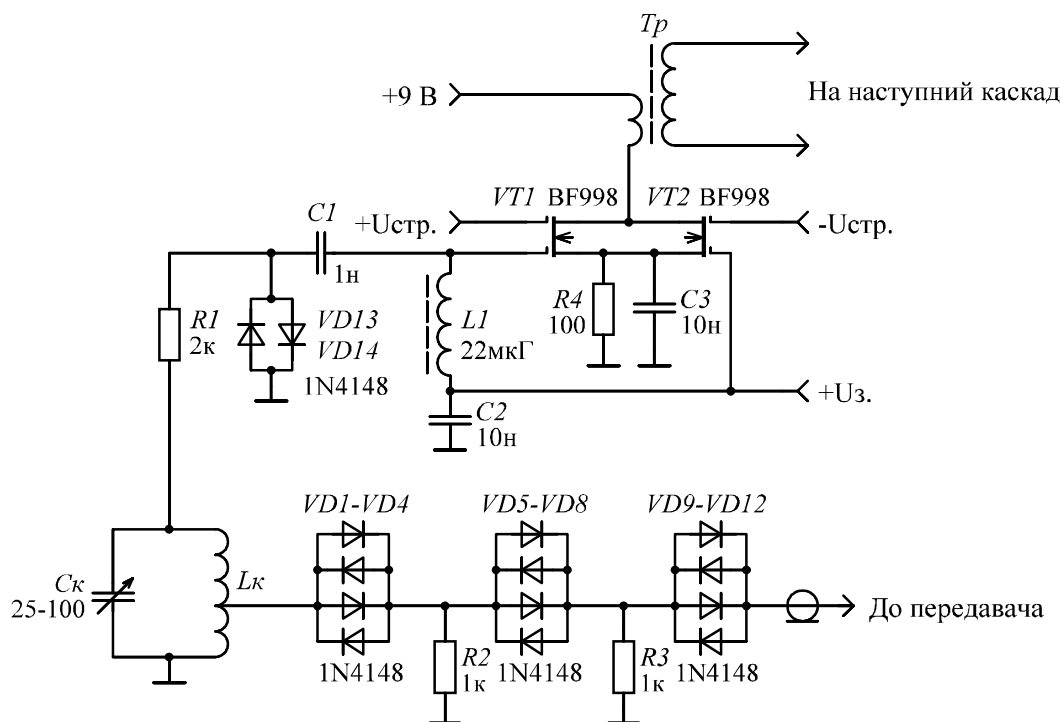


Рис. 4.2. Принципова схема вхідного вузла спектрометра ЯКР.

Кількість витків котушки коливального контуру ( $L_1$ ) залежить від діапазону робочої частоти і об'єму зразка. Для злитків  $GaSe$  і  $InSe$ , вирошених методом Бріджмена, діаметр котушки може становити 18 – 20 мм та мати 8 витків посрібленого дроту (для частоти 20 МГц) або 5 витків для частоти 40 МГц. Для зразків об'ємом  $\leq 0,25 \text{ см}^3$  використовуються котушки діаметром 7 – 10 мм. Зразки з малим об'ємом використовувалися для дослідження ЯКР у вихідних кристалах  $GaSe$  і  $InSe$ , підготовлених для виготовлення гетеропереходів методом «оптичного контакту». Для збереження добротності контуру і узгодження з низькоомним виходом підсилювача радіочастотної потужності вихід передавача підключений до частини витків котушки. Відведення для узгодження вихідного опору трансформатора ( $T_p$ ) з вхідним опором коливального контуру проводиться від 25 – 50 % витків котушки і встановлюється експериментально.

Захист вхідного каскаду приймача підсилювача (на транзисторах  $VT1$ ,  $VT2$ ) від впливу радіочастотних імпульсів зондування виконано на резисторі  $R1$  та шунтуючих швидкодіючих діодах  $VD13$ ,  $VD14$ . Швидкість перемикання діодів 1N4148 складає 4 нс.

#### **4.2. Придушення перехідного процесу в приймальному тракті спектрометра**

Незважаючи на присутність у схемі зображеній на рис. 4.2 захисного кола з елементів  $R1$ ,  $VD13$ ,  $VD14$ , в момент включення імпульсу зондування в підсилювальному тракті приймача імпульсного радіоспектрометра ЯКР виникає перехідний процес, перевантажуючи його. Виявилось, що включення захисної ланки типу  $R1$ ,  $VD13$ ,  $VD14$  на входах кожного каскаду приймача не приводить до помітного ослаблення такого ефекту у випадку застосування для зв'язку між каскадами широкосмугових узгоджувальних трансформаторів ( $Tr1 - Tr3$ ).

На рис. 4.3,а приведений перехідний процес на виході попереднього підсилювача, викликаний дією імпульсу збудження. У даному параграфі представлено запропоноване схемо-технічне рішення, що дозволяє усунути паразитний перехідний процес. На рис. 4.4 показаний 3-х каскадний стробований попередній підсилювач приймального тракту спектрометра ЯКР, побудований на парах польових транзисторів з ізольованими затворами та малим коефіцієнтом власних шумів.

Ключовий пристрій на однозатворних польових транзисторах для захисту широкосмугового попереднього підсилювача запропоновано в роботі Рудакова [134], однак коефіцієнт придушення несучої частоти під час дії потужних імпульсів збудження склав лише 60 дБ. У нашому випадку надійне закривання приймального тракту до 100 дБ для несучої частоти в паузах між імпульсами зондування забезпечується 3-ма однотипними схемами на двохзатворних польових транзисторах, з'єднаних паралельно відносно джерела живлення.

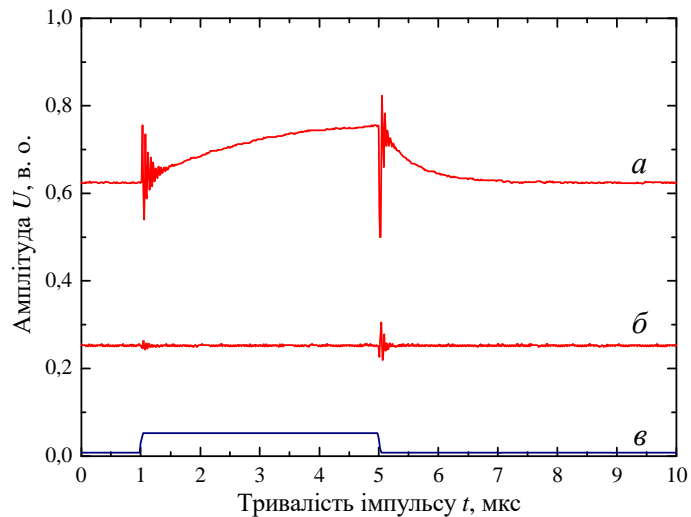


Рис. 4.3. Перехідний процес в підсилювачі спінового сигналу:

без схеми придушення (а); із застосуванням спеціальної схеми придушення перехідного процесу (б); імпульс стробування (в).

Розглянемо роботу окремої схеми на  $VT1$  і  $VT2$ . Обмежені діодами  $VD1$ ,  $VD2$  до рівня 0,4 – 0,6 В залишкові коливання несучої частоти під час дії імпульсу стробування через роздільну ємність  $C1$  надходять на перший затвор транзистора  $VT1$ . З виходу інвертора на мікросхемі 74LVC1G4 на другий затвор транзистора  $VT1$  подається логічний «нуль», що закриває транзистор і тим самим пригнічує залишкові коливання несучої. Паралельно включений транзистор  $VT2$  відкритий для проходження постійної складової за рахунок подачі неінвертованого імпульсу стробування (логічна «1») на другий затвор. По закінченню дії імпульсу стробування, тривалість якого охоплює інтервал  $t_{зон} + t_{зв}$ , функції транзисторів  $VT1$  і  $VT2$  міняються місцями. У момент відсутності імпульсу стробування на другий затвор транзистора  $VT2$  надходить логічний «нуль» і транзистор закривається. Транзистор  $VT1$  в цей же час відкривається через подачу логічної «1» на другий затвор і пропускає постійну складову і сигнал через навантаження – обмотку роздільного трансформатора  $Tr1$ . Максимальний час перемикання логічного елемента 74LVC1G04 становить не більше 1,6 нс і, тому включення збуджуючого імпульсу і перехід в режим прийому сигналу

індукції не призводить до помітного переривання постійної складової в колі стоку польових транзисторів і в первинній обмотці роздільного трансформатора (рис. 4.3,б). Наступні однотипні каскади працюють аналогічним чином і підсилюють ефект придушення залишкового сигналу несучої частоти і перехідного процесу, що виникає через комутації імпульсів.

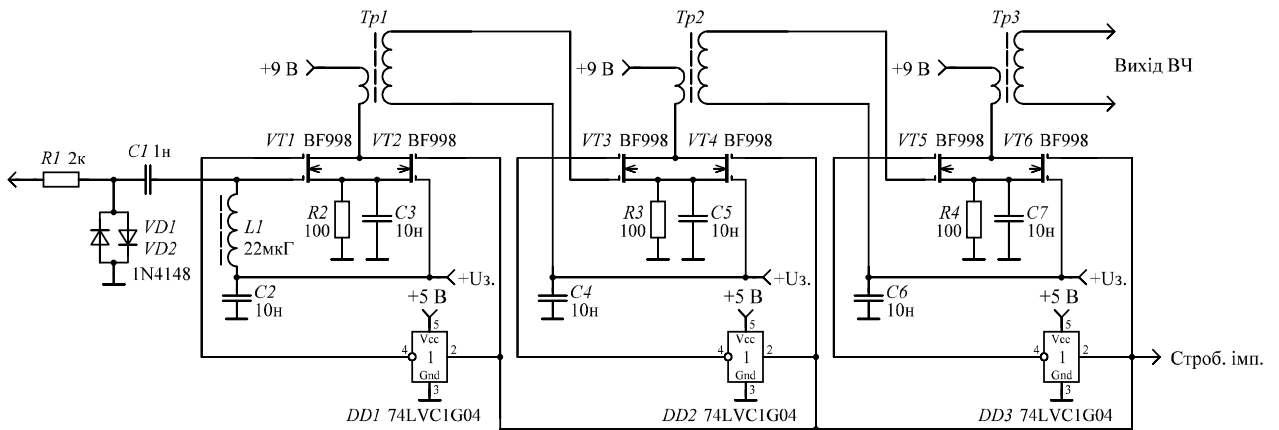


Рис. 4.4. Попередній підсилювач сигналу спінової індукції з трансформаторним зв'язком між каскадами.

### 4.3. Структура аналогового тракту приймального каналу

В силу того, що приймач радіоспектрометра розроблявся за технологією РППК, його аналоговий тракт має спрощену структуру (рис. 4.5). Для регулювання коефіцієнта підсилення використаний підсилювач керований кодом на мікросхемі AD8369ARU. Діапазон зміни коефіцієнта підсилення становить 0 – 40 дБ, смуга пропускання – 0 – 600 МГц. Зміна коефіцієнта підсилення з кроком 3 дБ забезпечується шляхом подавання відповідного коду з ПЛІС на шину керування [3..0]. Для ослаблення вібраційних завад, шуму типу  $1/f$  та паразитних гармонік введений смуговий фільтр (СФ), який побудований за схемою зв'язаних контурів. Смуга фільтра встановлюється в межах 1 – 50 МГц і може зміщуватися за частотою. Вибір смуги фільтра продиктований, головним чином, шириною спектрів резонансних сигналів досліджуваних речовин.

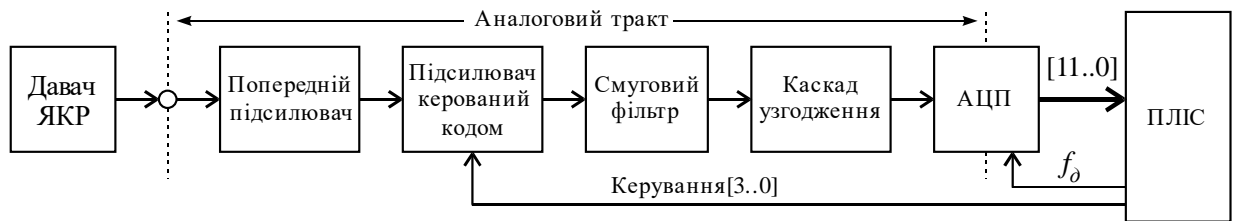


Рис. 4.5. Структура аналогового тракту приймача радіоспектрометра

Узгоджувальний підсилювач потрібен для узгодження рівнів сигналу та імпедансів смугового фільтра і АЦП до оптимальних значень, для уникнення перевантаження останнього і забезпечення його роботи в потрібному динамічному діапазоні. Основою каскаду узгодження є високочастотний операційний підсилювач AD8138 з смугою пропускання 320 МГц. Кінцевою ланкою аналогового тракту є АЦП AD9230BCPZ-170.

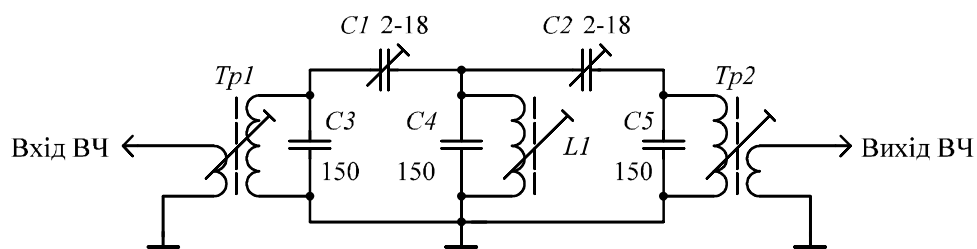


Рис. 4.6. Смуговий фільтр з регульованою смугою 1 – 50 МГц.

#### 4.4. Широкопasmовий імпульсний передавач ВЧ

На основі результатів імітаційного моделювання розроблено базову структуру широкопasmового ВЧ передавача імпульсного ЯКР спектрометра (рис. 4.7), котра містить вхідний, проміжний і кінцевий каскади посилення, а також елементи узгодження вхідного, вихідного і міжкаскадних імпедансів. Застосування трикаскадної схеми зумовлено необхідністю підсилення слабких сигналів, рівень потужності яких становить близько -2 дБм.

Попередній підсилювач забезпечує підсилення слабких сигналів з виходу синтезатора частоти спектрометра [91], а також узгодження вихідного опору останнього з вхідним опором передавача. Каскад попереднього підсилення реалізований на основі малопотужного високочастотного

транзистора і операційного підсилювача з низьким рівнем власних шумів. Високолінійний драйверний каскад класу А реалізовано за двотактною схемою на основі ВЧ транзисторів RD16HNF1 [99]. Він забезпечує на виході потужність порядку 45 дБм, що необхідно для повної розкачки активних елементів вихідного каскаду передавача. Сумарний струм спокою даного каскаду становить 1 А. Вирівнювання частотної характеристики передавача і зменшення ймовірності його самозбудження забезпечується введенням від'ємного оберненого зв'язку. Вихідний двотактний каскад класу В забезпечує потужність в імпульсі порядку 57 дБм на навантаженні 50 Ом. Кожне плече вихідного каскаду містить чотири MOSFET транзистори IRF510 [100] з'єднані паралельно. Компенсація впливу розкиду параметрів транзисторів на величину струму стоку досягається включенням резистора номіналом 0,5 Ом в стокове коло кожного транзистора. Для придушення струмів непарних гармонік в колах живлення і парних в навантаженні  $R_n$ , драйверний і вихідний каскади реалізовані за послідовною схемою. Фільтр нижніх частот служить для придушення спектральних складових вищих порядків в спектрі вихідного сигналу передавача. Для контролю коефіцієнта відбитої хвилі та оптимальної настройки узгодження вихідного опору передавача з навантаженням застосовано давач на основі перетворювача струм/напруга і схеми детектування відбитої хвилі.

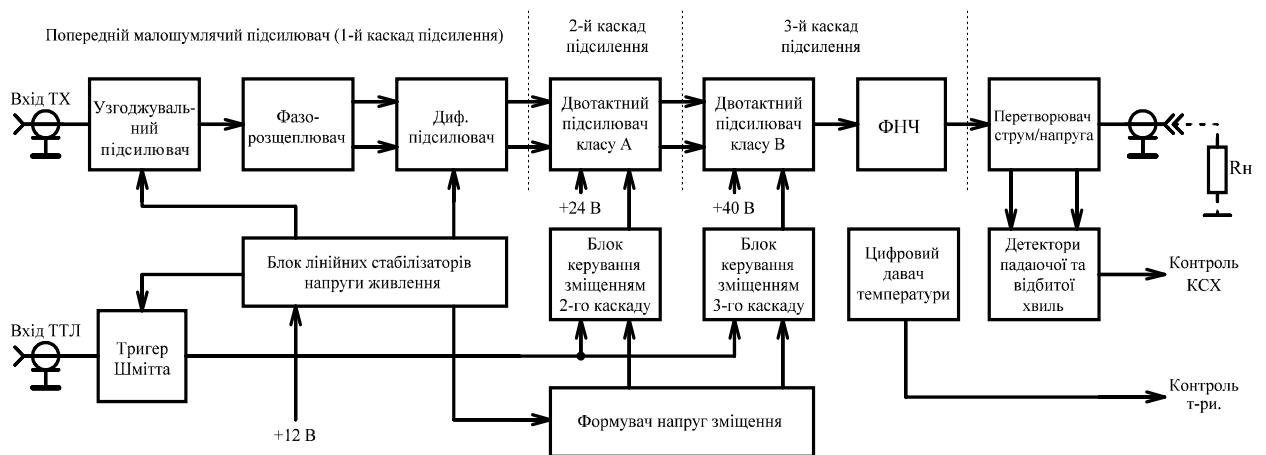


Рис. 4.7. Структурна схема широкосмугового ВЧ передавача

Фото передавача зображене на рис. 4.8. Конструкція пристрою розроблялася з мінімізацією утворення паразитних процесів. Значну увагу приділено підбору електронних компонент з мінімальним розкидом параметрів, топології трасування та екрануванню. Попередній підсилювач і схема керування режимами роботи транзисторів конструктивно об'єднані і виконані у вигляді уніфікованого екранованого модуля.

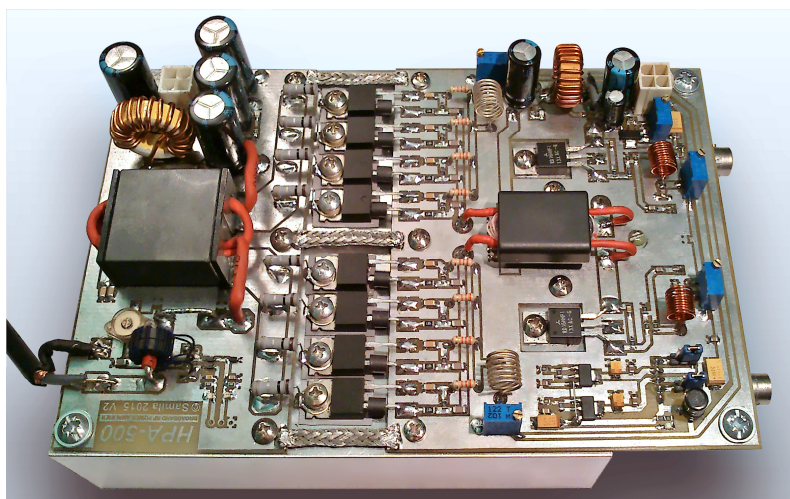


Рис. 4.8. Лабораторний макет передавача спектрометра ЯКР

Технічна реалізація імпульсного режиму роботи ВЧ передавача зображена на рис. 4.9 у вигляді електричної принципової схеми модуля керування зміщенням. Джерелом напруги зміщення є стабілізатор напруги на основі двох інтегральних лінійних стабілізаторів напруги  $U1$  і  $U3$ , котрий формує 5 В – для вихідного та 9,2 В – для попереднього каскадів передавача. Електронно-керовані ключі  $Q1A$  та  $Q1B$  реалізовані на основі здвоєного  $p$ -канального польового транзистора з ізольованим затвором IRF9953 [141]. Особливістю останнього є низьке значення заряду затвору і комутаційних втрат, що забезпечує зменшення перехідних процесів в імпульсних ключових режимах роботи. Електронне керування здійснюється шляхом подачі з системної плати спектрометра на вхід «TTL» схеми сигналу керування, який через тригер Шмітта  $U2$  поступає на затвори  $Q1A$  та  $Q1B$ . Подільники напруги  $R1$ ,  $R5$  та  $R9$ ,  $R11$  відповідають за номінальне значення напруг



зміщення і тому виконані на підібраних резисторах з малим температурним коефіцієнтом опору та з малим розкидом параметрів. Регулювання зміщення у попередньому каскаді забезпечується потенціометрами  $R2$ ,  $R3$ , а у вихідному каскаді –  $R14$ ,  $R15$  відповідно. Для запобігання паразитного проникнення ВЧ струмів і відповідно – самозбуджень передавача, в колах зміщення встановлено блокуючі LC ланки. Перемикачі  $P1$  та  $P2$  дозволяють, при необхідності, вимкнути режим автоматичного керування зміщенням.

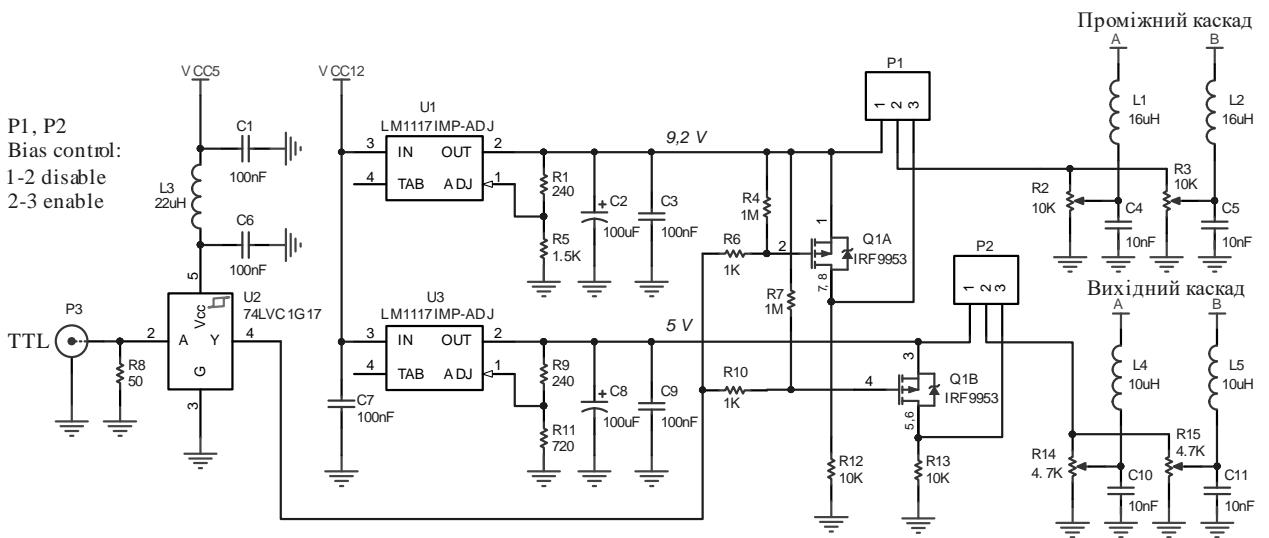


Рис. 4.9. Електрична принципова схема модуля керування зміщенням

#### 4.5. Дослідження параметрів та теплових режимів передавача

У процесі експериментальних досліджень запропонованого ВЧ передавача було проведено оцінку залежності модуля і аргументу комплексного коефіцієнта посилення за напругою  $K_U$  від частоти  $f$  підсилюваного сигналу. Дослідження параметрів пристрою проводилися при активному навантаженні номіналом 50 Ом. Амплітуди напруг, частота сигналу, часові інтервали і фазові зсуви сигналів визначалися за допомогою цифрового осцилографа. АЧХ передавача в діапазоні робочих частот 1 – 50 МГц зображена на рис. 4.10,а. З графіка АЧХ видно, що область частот з нерівномірністю  $\pm 1$  дБм складає 2 – 38 МГц (рис. 4.10,а крива 1). Вище 37 МГц має місце монотонний спад характеристики. Вирівнювання частотної

характеристики із збереженням нерівномірності на рівні близько  $\pm 0,4$  дБм в діапазоні 2 – 38 МГц (рис. 4.10,а крива 2) здійснювалося при корекції рівня вхідного сигналу. Корекція здійснювалася при калібруванні параметрів передавача програмно-апаратними засобами системного модуля радіоспектрометра [91]. Передавач з корекцією АЧХ забезпечує середню вихідну потужність 400 – 500 Вт для зазначеного діапазону. Дослідження АЧХ показали, що фазовий зсув  $\Delta\phi$  пропорційний частоті підсилюваного сигналу практично у всьому діапазоні робочих частот  $\Delta f$ .

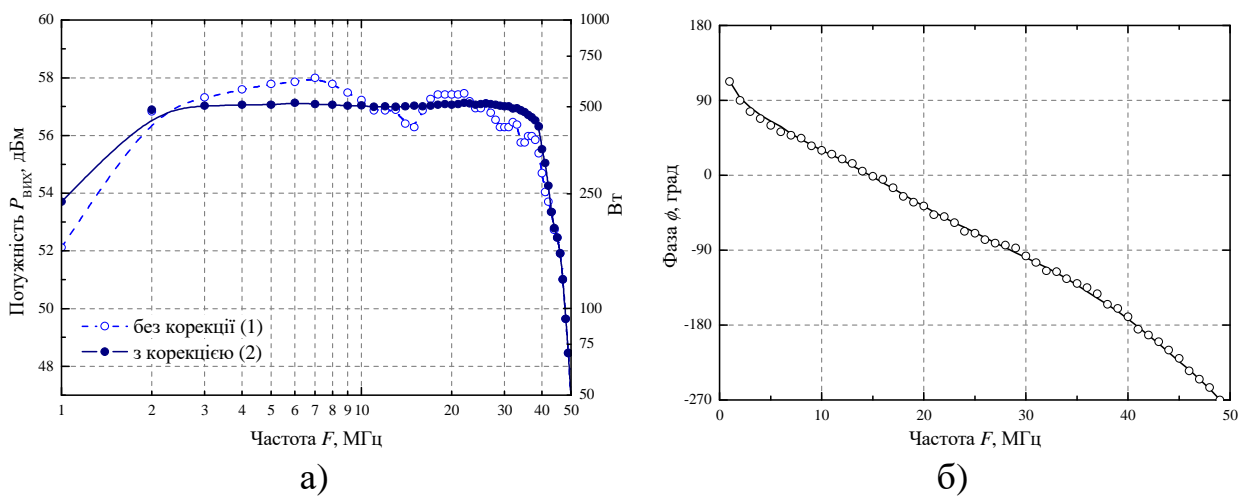


Рис. 4.10. Результати експериментальних досліджень запропонованого передавача в робочому діапазоні частот 1 – 50 МГц: (а) – АЧХ, (б) – ФЧХ

Час наростання і спаду вихідної напруги визначає точність відображення імпульсу збудження та є одним з головних параметрів для імпульсного передавача, перехідні процеси в якому обумовлені реактивними колами. Лінійні спотворення (викривлення фронту і вершини імпульсу) в підсилювачах імпульсних сигналів оцінюються порівнянням їх реальної і ідеальної перехідних характеристик. Осцилограми вихідного та керуючого сигналів приведені на рис. 4.11.

Час затримки вихідного сигналу по відношенню до вхідного (наростання функції напруги  $U(t)$  до значення 0,5) склав близько 100 нс. Час встановлення імпульсу (час наростання функції  $U(t)$  від значення 0,1 до 0,9)

склав біля 350 нс. При проведенні досліджень було встановлено відсутність видимих викидів напруги на виході передавача. Це вказує на відсутність коливань в процесі встановлення імпульсу. З отриманих експериментальних результатів можна зробити висновок, що сумарний час наростання обвідної переднього фронту радіоімпульсу для розробленого передавача не перевищив 500 нс.

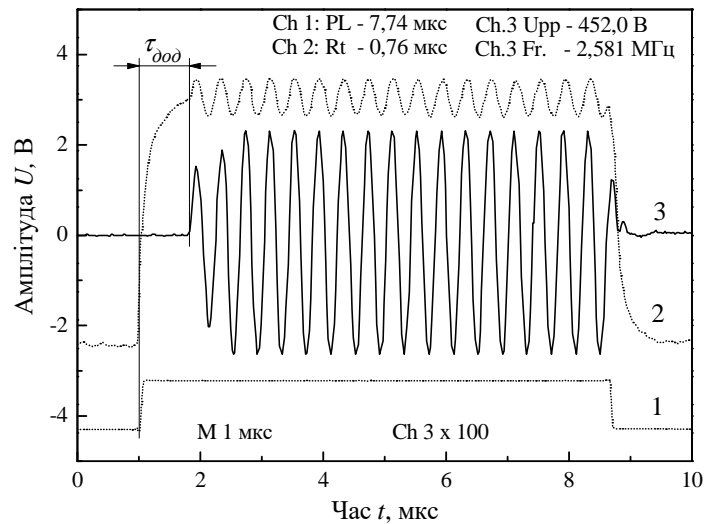


Рис. 4.11. Осцилограми напруг в режимі імпульсного зміщення: керуючий TTL сигнал (1), напруга затвор-витік на транзисторах вихідного каскаду (2), сигнал на виході передавача (3).

Для вивчення нагріву плати передавача проведено температурні дослідження її поверхні із застосуванням тепловізора Testo-875. Температурне поле плати отримане тепловізійним обстеженням при роботі в режимі неперервного та імпульсного зміщення ( $P'_{\text{вих}} \approx 500$  Вт, серія із 5 імпульсів загальною тривалістю 100 мкс, час роботи 10 хв.) наведені на рис. 4.12,а і на рис. 4.12,б відповідно. З отриманих результатів випливає, що в режимі імпульсного зміщення нагрів значно зменшився. Зокрема, для транзисторів вихідного каскаду середня поверхнева температура знизилась на  $\sim 20$  °С, а для транзисторів проміжного каскаду – майже на 10 °С. Це вказує на можливість роботи ВЧ передавача в запропонованому режимі від автономних джерел живлення та без примусового повітряного охолодження.

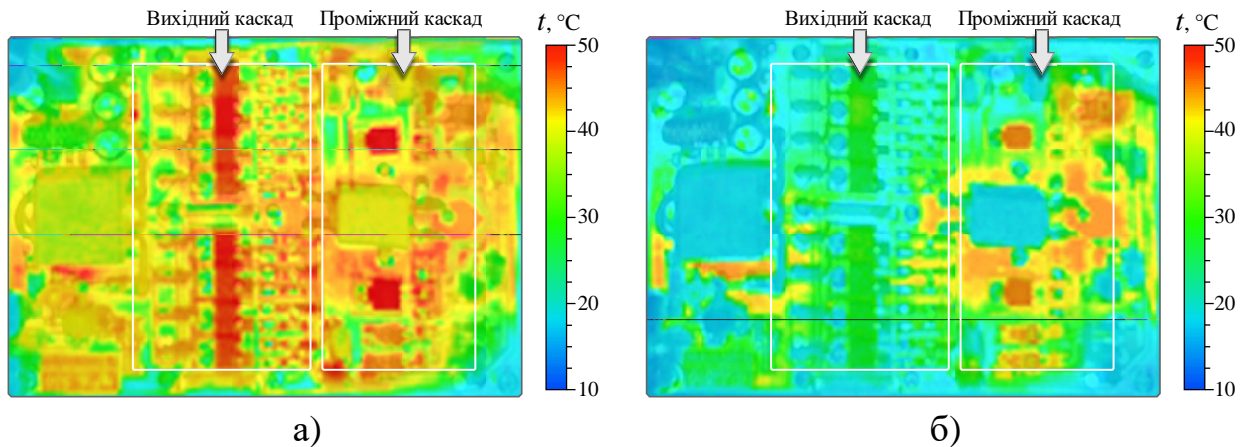


Рис. 4.12. Розподіл поверхневої температури плати передавача під час роботи в режимі неперервного зміщення (а) та в режимі імпульсного зміщення (б)

#### 4.6. Рознесення частот детектування та збудження в імпульсному спектрометрі ядерного квадрупольного резонансу

У Фур'є-спектроскопії ядерного квадрупольного та ядерного магнітного резонансів (ЯКР – ЯМР) дію короткочасного  $\delta$ -подібного зонduючого імпульсу на спінову систему ядер розглядають, як вплив широкосмугового збуджувача із центральною частотою  $F_{imn}$ . В даному випадку всі резонансні частоти збуджуються в околі частоти  $F_{imn} = \pm 1/\tau_{imn}$ , де  $\tau_{imn}$  – тривалість зонduючого імпульсу. Оскільки, за своєю формою такий імпульс є радіоімпульсом а його огинаюча – прямокутним відео імпульсом, то його тільки в певному наближенні можна вважати широкосмуговим і застосовувати для збудження резонансу у відносно широкій смузі частот. Відомо, що для радіоімпульсів ефективно і незалежно від центральної частоти працює умова – чим меншою є тривалість імпульсу, тим ширшим є його спектр [101].

Зазвичай для ЯМР високої роздільної здатності, наприклад у рідинах, область частот  $F_{imn} \pm \Delta f_m$  резонансного спектру складає не більше десятків герц, а ширина окремих ліній в спектрі може скласти долі герца. При імпульсному впливі для детектування сигналу спаду спінової індукції можна використати синхронний детектор, який працює на бічній частоті  $\pm \Delta f_m$ . Таким чином, за рахунок малої ширини ліній збуджуваного спектру та

додаткової модуляції стаціонарного магнітного поля можна отримати повний спектр ЯМР при опорній частоті синхронного детектора  $F_{det} = \pm \Delta f_m$ . Зокрема, значення  $F_{det}$ , унаслідок малого діапазону збуджуваних частот, може складати декілька кГц, а тому паразитне проникнення зондуючого імпульсу в приймальний тракт ЯМР спектрометра легко усувається. Такий метод часто використовується у сучасних спектрометрах ЯМР високої роздільної здатності при спостереженні складних мультиплетних спектрів [142].

Внаслідок відсутності зовнішнього магнітного поля в ЯКР немає можливості використовувати додаткову модуляцію для перенесення опорної частоти синхронного детектора в найбільш віддалену від  $F_{imn}$  частотну область. Крім того, метод ЯКР використовується для дослідження твердих тіл із шириною окремих ліній резонансного спектру, як правило, 1 – 10 кГц й більше [6]. Саме тому метод ЯКР є найбільш придатним для дослідження актуальних напівпровідникових сполук  $GaSe$  та  $InSe$ , в яких при ширині окремої резонансної лінії 1,5 – 2 кГц, діапазони частот резонансних спектрів складають ~ 70 кГц і 250 – 350 кГц для ядер  $^{69}Ga$  та  $^{115}In$  відповідно.

Діапазон частот заповнення зондуючого імпульсу  $\Delta F_{imn}$  при збудженні резонансу в ядрах напівпровідникових сполук  $GaSe$  та  $InSe$  складає 10 – 40 МГц [96, 143]. У випадку реалізації одночастотного методу спостереження ЯКР частоти заповнення зондуючого імпульсу і опорної напруги синхронного детектора задаються одним генератором, при цьому  $F_{imn} = F_{det}$  [93]. Використання одночастотного методу ЯКР у такому варіанті побудови спектрометра приводить до затруднень у розділенні спектрів резонансних ліній й накладеного на них збуджуючого імпульсу. Останнє обумовлено широким діапазоном частот резонансного спектру та необхідністю утримувати значення частоти зондуючого імпульсу  $F_{imn}$  в межах центральної області спектру ЯКР для рівномірного збудження всіх резонансних компонент у смузі  $F_{сп.мін} - F_{сп.макс}$ , де  $F_{сп.мін}$  і  $F_{сп.макс}$  є нижня й верхня граничні частоти досліджуваного спектру. Для того, щоб перенесений у низькочастотну область спектр займав одну бокову смугу сигналу

(зазвичай верхню) має виконуватися умова:  $F_{дет} \leq F_{сн.мін}$ . При цьому значення центральної частоти спектру зондуючого імпульсу  $F_{імн}$  знаходиться нижче центральної частоти резонансного спектру  $F_{сн}$  (як мінімум на інтервалі  $F_{сн.мін} - F_{сн}/2$ ), унаслідок чого збудження сигналу спаду спінової індукції відбувається нерівномірно.

На рис. 4.13 поданий фрагмент спектру ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  на спіновому переході  $5/2 \leftrightarrow 7/2$  із нерівномірним збудженням резонансу (центральна частота спектру сигналу складає  $F_{сн} = 30,875$  МГц, центральна частота спектру зондуючого імпульсу  $F_{імн} = 30,7$  МГц, тривалість зондуючого імпульсу  $\tau_{імн} = 4$  мкс, імпульсна потужність  $P_i = 100$  Вт).

Для рівномірного збудження ЯКР необхідно, щоб значення  $F_{імн}$  співпадало з центральною частотою резонансного спектру  $F_{сн}$ , чи знаходилось в її ближньому околі (рис. 4.14).

Із співставлення спектрів ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  приведених на рис. 4.13 і рис. 4.14 стає очевидним, що з метою коректного відтворення їх форми а також для унеможливлення впаву паразитної завади від зондуючого імпульсу на приймальний тракт спектрометра необхідно рознести між собою частоти детектора  $F_{дет}$  і збуджуючого імпульсу  $F_{імн}$  при збереженні синхронізації фази запуску останнього.

Для вирішення задачі нерівномірного збудження широкосмугових спектрів ЯКР в напівпровідникових сполуках  $\text{GaSe}$  та  $\text{InSe}$  запропоновано використовувати два прямих цифрових синтезатори частоти, які тактуються від кварцового генератора частотою  $F_{такт} = 180$  МГц. Спрощена структурна схема реалізації принципу рознесенням частоти синхронного детектора і частоти заповнення збуджуючого імпульсу наведена на рис. 4.15. Перший синтезатор частоти (ПЦСЧ1) працює неперервно і формує опорну частоту  $F_{дет}$  для синхронного детектора, який використовується при перенесенні спектру сигналу спаду спінової індукції у низькочастотний діапазон (0 – 1 МГц). Другий синтезатор (ПЦСЧ2) працює в старт-стопному режимі тільки під час збудження сигналу ядерної індукції. Таке рішення запобігає

проникненню сигналу зондуєчого імпульсу з частотою  $F_{imp}$  у приймальний тракт спектрометра ЯКР, що спостерігається при цифровому накопиченні резонансних спектрів.

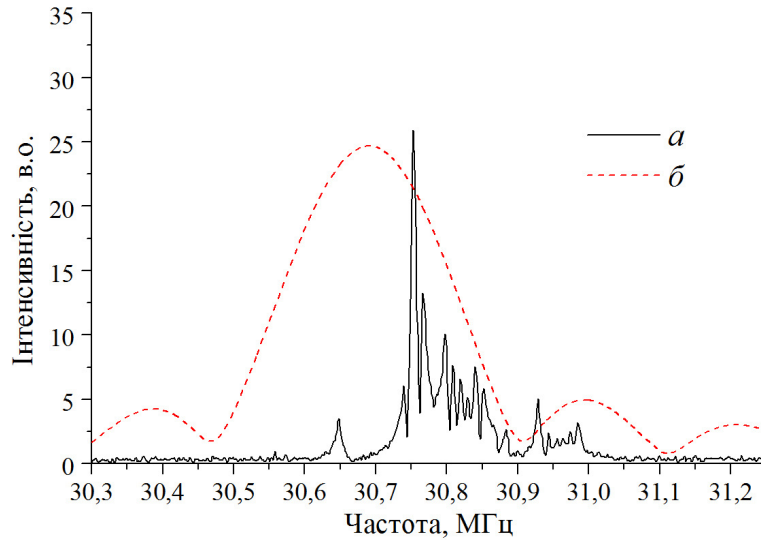


Рис. 4.13. Нерівномірне збудження ЯКР: (а) – спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  на спіновому переході  $5/2 \leftrightarrow 7/2$ , (б) – огибаюча спектру імпульсу зондування.

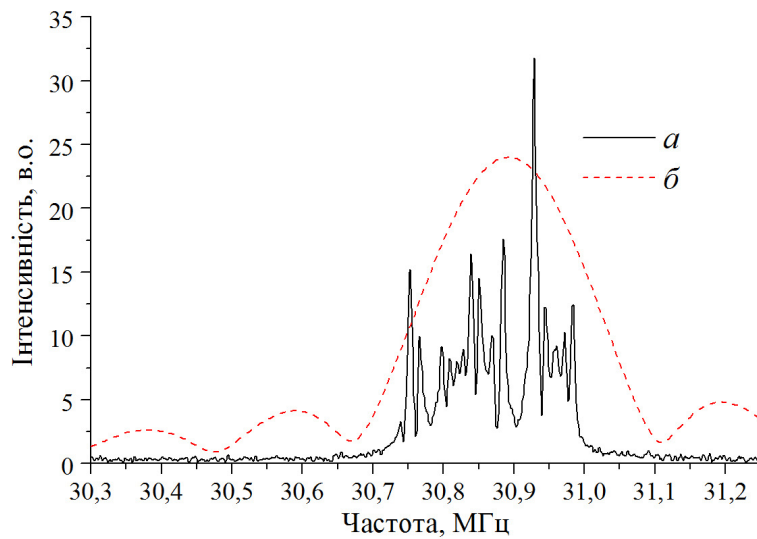


Рис. 4.14. Рівномірне збудження ЯКР: (а) – спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  на спіновому переході  $5/2 \leftrightarrow 7/2$ , (б) – огибаюча спектру імпульсу зондування.

Незмінність фази зондуєчого імпульсу для кожного циклу вимірювання, що є обов'язковою умовою для цифрового накопичення резонансних спектрів, забезпечується синхронізацією запуску ПЦСЧ2 за

переднім фронтом сигналу опорної частоти синхронного детектора (з ПЦСЧ1). Використання ПЦСЧ дозволило створити не тільки коливання із наперед строго заданими частотами і початковими фазами, але й гнучку систему формування когерентних імпульсів збудження сигналів ЯКР [91]. Керування синтезаторами частоти та формувачем запускаючого імпульсу реалізовано на основі мікропроцесорної апаратно-програмної платформи Arduino Mega 2560 через USB інтерфейс. Стробований підсилювач необхідний для усунення перевантаження приймального тракту під час дії зондуючого імпульсу і придушення вільних коливань у  $LC$ -контурі спектрометра після закінчення дії імпульсу. Для оброблення сигналу відгуку ядерної спінової системи з наступним виділенням спектру ЯКР застосовано цифровий USB-осцилограф «BORDO-421», програмне забезпечення якого забезпечує функції швидкого Фур'є-перетворення та багатократного цифрового накопичення. Інтервал між вимірами задається частотою стартових імпульсів, які поступають з виходу формувача запускаючого імпульсу.

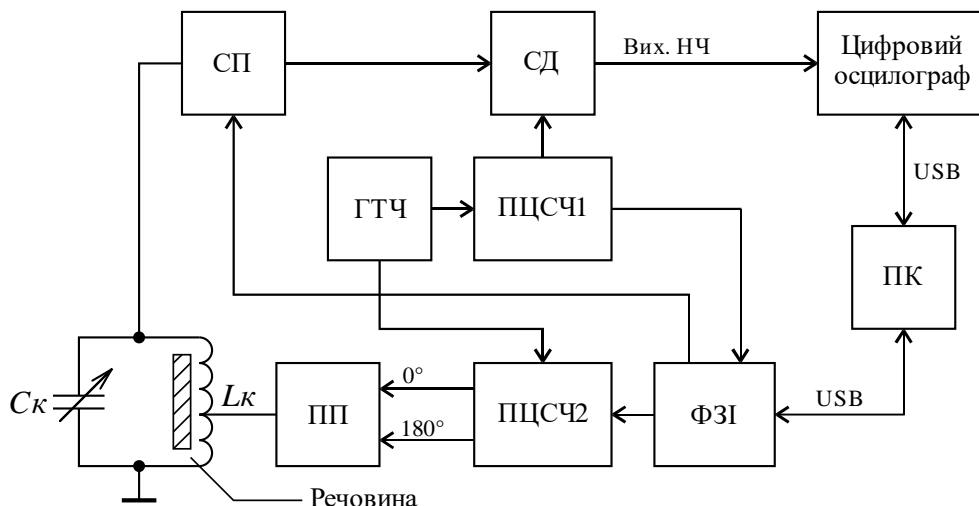


Рис. 4.15. Структурна схема реалізації принципу рознесення частот: СП – стробований підсилювач; СД – синхронний детектор; ГТЧ – генератор тактової частоти; ПЦСЧ1, ПЦСЧ2 – синтезатори частоти; ПП – підсилювач потужності; ФЗІ – формувач запускаючого імпульсу; ПК – персональний комп'ютер;  $C_K$ ,  $L_K$  – резонансний контур.



Спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в монокристалічному  $\text{InSe}$  для спінового переходу  $5/2 \leftrightarrow 7/2$ , отриманий при кімнатній температурі на запропонованому спектрометрі з перенесенням опорної частоти синхронного детектора, представлений у вигляді верхньої бічної смуги для  $F_{\text{дет}} = 30,6$  МГц на рис. 4.16. Досліджувана речовина розміщувалась у робочій зоні котушки LC-контур.

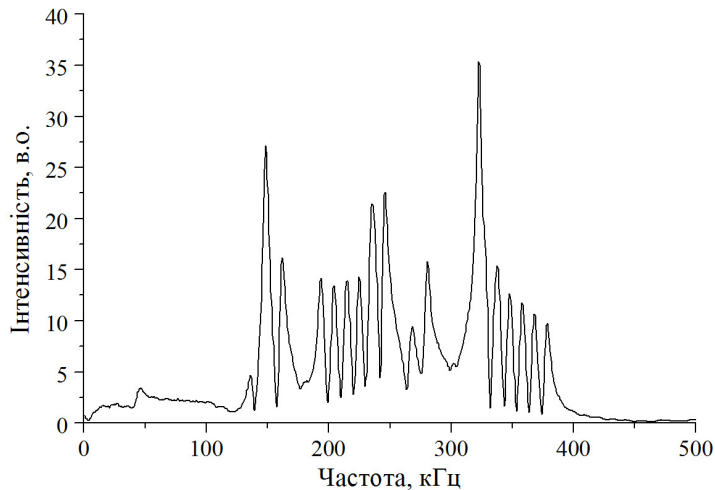


Рис. 4.16. Спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  отриманий на імпульсному спектрометрі з перенесенням опорної частоти синхронного детектора

Як видно із спектру представленого на рис. 4.16, рознесення частоти синхронного детектора і частоти заповнення збуджуючого імпульсу шляхом застосування в Фур'є-спектрометрі ЯКР роздільних прямих цифрових синтезаторів частоти забезпечило вирішення проблеми втрати якості при дослідженні широкосмугових резонансних спектрів у шаруватих напівпровідникових сполуках, що є надзвичайно важливими при недостатній імпульсній потужності підсилювача потужності й наявності мультиплетних ліній у спектрах ЯКР.

#### 4.7. Апаратна структура системної плати спектрометра ЯКР

Проектування апаратної структури цифрового обчислювального ядра спектрометра ЯКР включало наступні етапи:

- аналіз режиму роботи портів вводу-виводу мікросхеми ПЛІС для підключення периферійних пристроїв та узгодження логічних рівнів;
- розробка конфігураційного пристрою для завантаження програми конфігурації ПЛІС засобами універсальних програматорів;
- проектування системи живлення усіх функціональних вузлів апаратного модуля;
- розроблення загальної структурної та електричної принципової схем пристрою.

Елемент вводу-виводу мікросхем сімейства Cyclone IV може працювати в одному з режимів, що задається програмуванням мікросхеми: вхід, вихід, двонаправлений вивід, вивід у високоімпедансному стані. Крім того, елемент вводу-виводу також забезпечує підтримку різноманітних стандартів, увімкнення підтягуючих резисторів (pull-up) під час конфігурації мікросхеми, роботу кіл утримання шини (bus-hold), програмовану затримку сигналу для входу та виходу, підтримку необхідної сили струму для деяких стандартів, програмоване увімкнення підтягуючих резисторів.

Можливість ПЛІС Cyclone IV працювати одночасно з кількома стандартами вводу-виводу дала змогу уникнути труднощів при узгодженні логічних рівнів на портах периферійних пристроїв та при проектуванні системи живлення. Більшість периферійних пристроїв модуля реалізовано на базі інтегральних мікросхем, що працюють з сигналами до 3,3 В. Для роботи з сигналами ТТЛ та КМОН логіки з напругою живлення 5 В використано перетворювачі рівня. Забезпечення підтримки декількох стандартів для різних периферійних пристроїв досягнуто завдяки архітектурі застосованої ПЛІС та роздільним лініям живлення для різних банків (рис. 4.17).

Для апаратної реалізації цифрового обчислювального ядра імпульсного ЯКР-спектрометра розроблена системна плата, що містить цифро-аналоговий та аналогово-цифровий перетворювачі, фільтр нижніх частот, узгоджувальні та буферні підсилювачі, схеми конфігурації та живлення, а також інші функціональні елементи (рис. 4.18). Основою запропонованої розробки є

ПЛІС EP4CE15E22C8 сімейства Altera Cyclone IV. Внутрішня структура даної ПЛІС містить більше 15000 логічних елементів, на базі яких можна реалізувати цифрові функціональні блоки шляхом синтаксису моделювання динамічних режимів логікових структур. Особливістю застосованої ПЛІС є наявність у ній чотирьох функціонально незалежних модулів ФАПЧ.

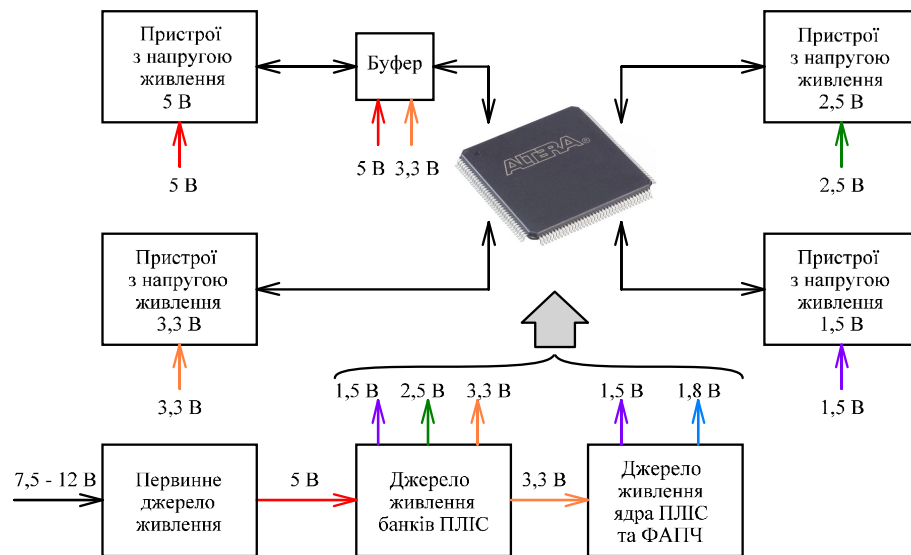


Рис. 4.17. Робота мікросхеми Cyclone IV з різними стандартами вводу-виводу

Мікросхема ПЛІС із конфігураційною пам'яттю та кварцовим термостабілізованим генератором з робочою частотою 50 МГц є системним «ядром», що встановлюється на головній платі та при необхідності може бути замінене на аналогічне із необхідною швидкодією.

В енергонезалежній пам'яті ПЛІС записано алгоритми формування 30-ти різних типів імпульсних послідовностей, застосування яких забезпечує реалізацію широкого спектру радіоспектроскопічних та релаксаційних методик в ЯКР. Зокрема, для визначення часів релаксації  $T_1$  і  $T_2$  (послідовність типу CPMG), забезпечення накопичення слабких сигналів ЯКР (послідовності SSFP і SLSE) при швидкій та повільній релаксаціях, усереднення неоднорідного уширення спектральної лінії із застосуванням послідовності чергування фаз імпульсів (PAPS) та нутаційної спектроскопії.

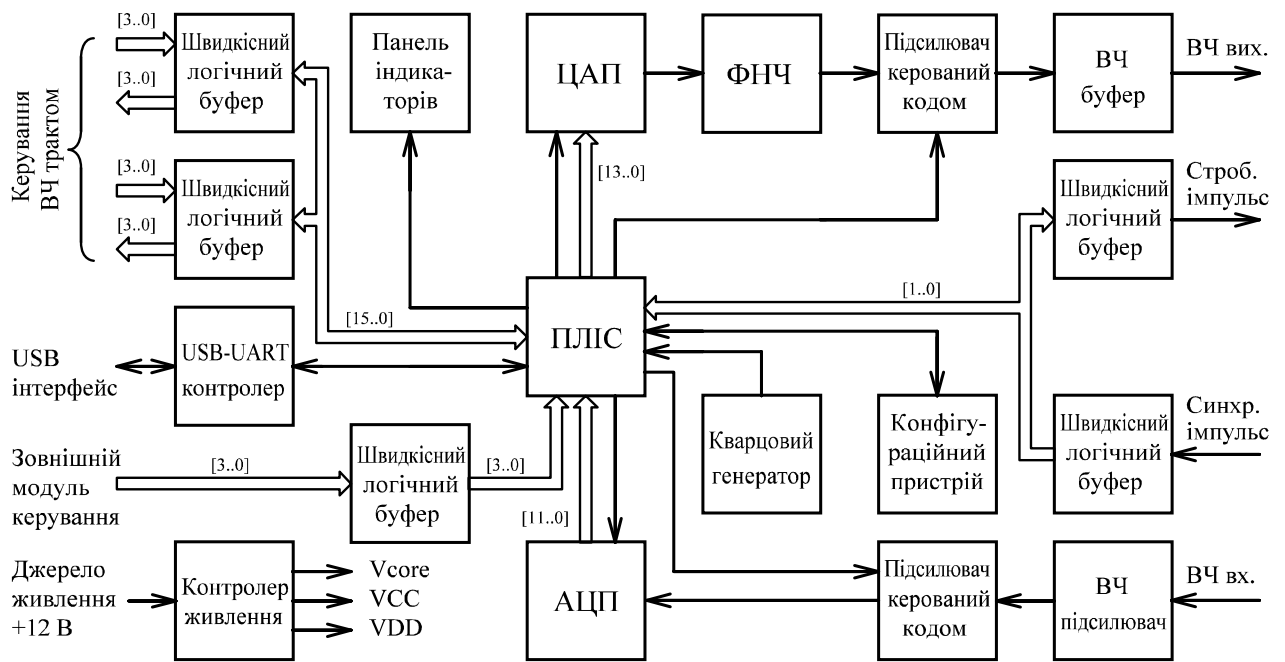


Рис. 4.18. Структурна схема системної плати спектрометра ЯКР

Цифро-аналогове перетворення вихідного сигналу ПЦСЧ забезпечується зовнішнім 14-розрядним ЦАП AD9772AASTZ, що містить вбудовані цифрові інтерполяційні фільтри. Додаткова фільтрація побічних спектральних складових вищих порядків, обумовлених нелінійністю роботи ЦАП забезпечується еліптичним аналоговим фільтром нижніх частот 7-го порядку із частотою зрізу близько 70 МГц. Регулювання величини амплітуди генерованих коливань здійснюється підсилювачем керованим кодом AD8369ARU, коефіцієнт підсилення якого задається програмно з ПЛІС. Узгодження вихідного опору пристрою з вхідним опором підсилювача потужності високої частоти здійснюється за допомогою операційного підсилювача AD8055ARZ зі смугою пропускання 300 МГц. Для завантаження програмного алгоритму в конфігураційну пам'ять передбачені інтерфейсні порти JTAG та Active Serial. На передній панелі системної плати спектрометра встановлені коаксіальні роз'єми для підключення передавального та приймального трактів радіоспектрометра, а також органи індикації роботи синтезатора і передавання даних. Обмін даних з комп'ютером через USB інтерфейс забезпечує апаратний USB-UART

контролер FT232R.

Фото лабораторного макету системної плати імпульсного спектрометра зображене на рис. 4.19. Розроблений пристрій забезпечує, як формування імпульсних послідовностей, так і реалізацію функцій оброблення сигналів відгуку ЯКР та повне керування функціональними вузлами Фур'є спектрометра. Зокрема, передбачено канал аналогово-цифрового перетворення на основі мікросхем 12-розрядного АЦП AD9230BCPZ-170 та узгоджувального операційного підсилювача AD8138 для реалізації цифрового квадратурного детектування та фільтрації сигналів СВІ. Два TTL-сумісні канали синхронізації, розроблені з використанням швидкодіючих логічних буферів 74LVC244, забезпечують передавання сигналів керування на апаратні модулі передавача та приймача імпульсного портативного радіоспектрометра ЯКР.

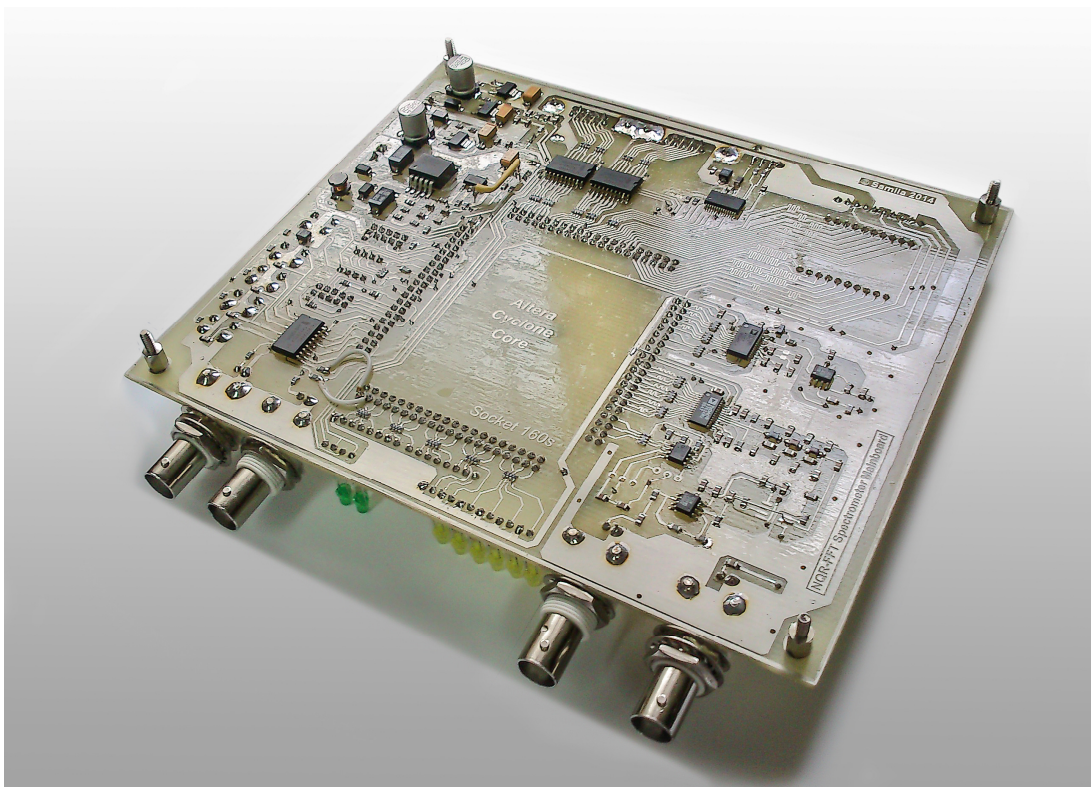


Рис. 4.19. Лабораторний макет системної плати спектрометра ЯКР

Живлення усіх функціональних вузлів розробленого пристрою забезпечують чотири лінійні прецизійні інтегральні стабілізатори напруги.

Формування живлення ядра ПЛІС та модулів ФАПЧ реалізовано на лінійному стабілізаторі із можливістю корегування значення вихідної напруги в діапазоні 1,4 – 1,6 В.

Конфігурація, що завантажується в ПЛІС може зберігатися як в статичній пам'яті (SRAM), так і в постійному запам'ятовуючому пристрої (EEPROM або Flash). Мікросхема EP4CE15E22C8 відноситься до SRAM конфігураційних ПЛІС, тому збереження конфігураційної інформації здійснюється шляхом використання зовнішньої мікросхеми ПЗП EPCS4 із послідовним інтерфейсом. У розробленому пристрої передбачено два режими програмування: активний послідовний (Active Serial) та через JTAG-інтерфейс. Вибір режиму конфігурування визначається комбінацією на входах MSEL мікросхеми ПЛІС Altera Cyclone IV.

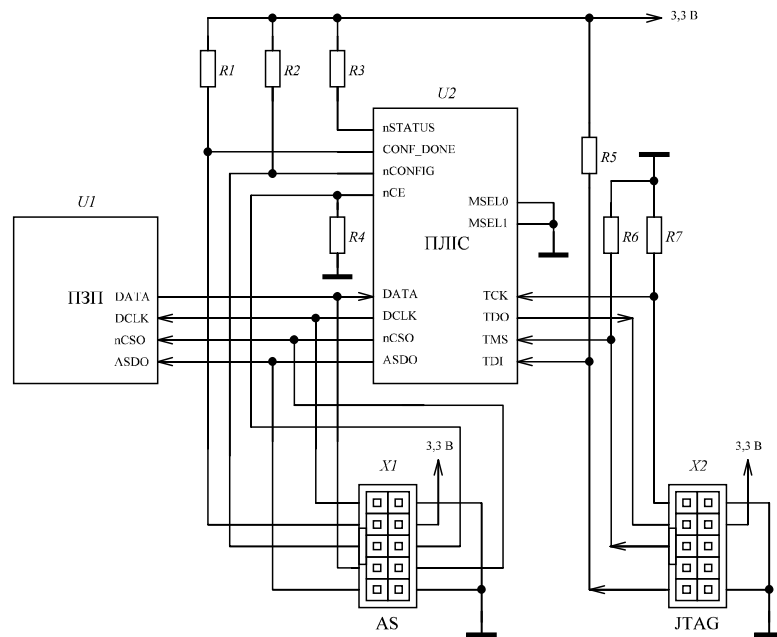


Рис. 4.20. Принципова електрична схема конфігураційного пристрою системної плати спектрометра ЯКР

В режимі конфігурування за допомогою послідовного конфігураційного пристрою процес контролюється мікросхемою ПЗП, що крім власне пам'яті також містить додатковий контролер, який виробляє команди для конфігурування ПЛІС. Використання активних конфігураційних

пристроїв підвищувало вартість апаратної частини спектрометра, тому при розробленні даної системної плати було вирішено застосувати внутрішній контролер конфігурації ПЛІС, а зовнішню пам'ять використовувати тільки для збереження конфігураційної інформації. На рисунку 4.20 наведена схема конфігурування мікросхем ПЛІС EP4CE15E22C8, що забезпечує роботу в режимах Active Serial та JTAG-інтерфейс.

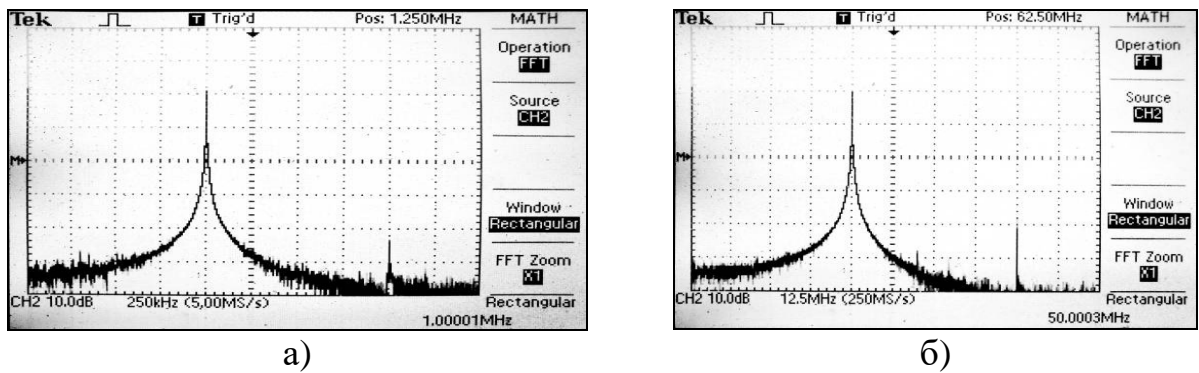


Рис. 4.21. Спектри вихідного сигналу на частотах 1 МГц (а) та 50 МГц (б).

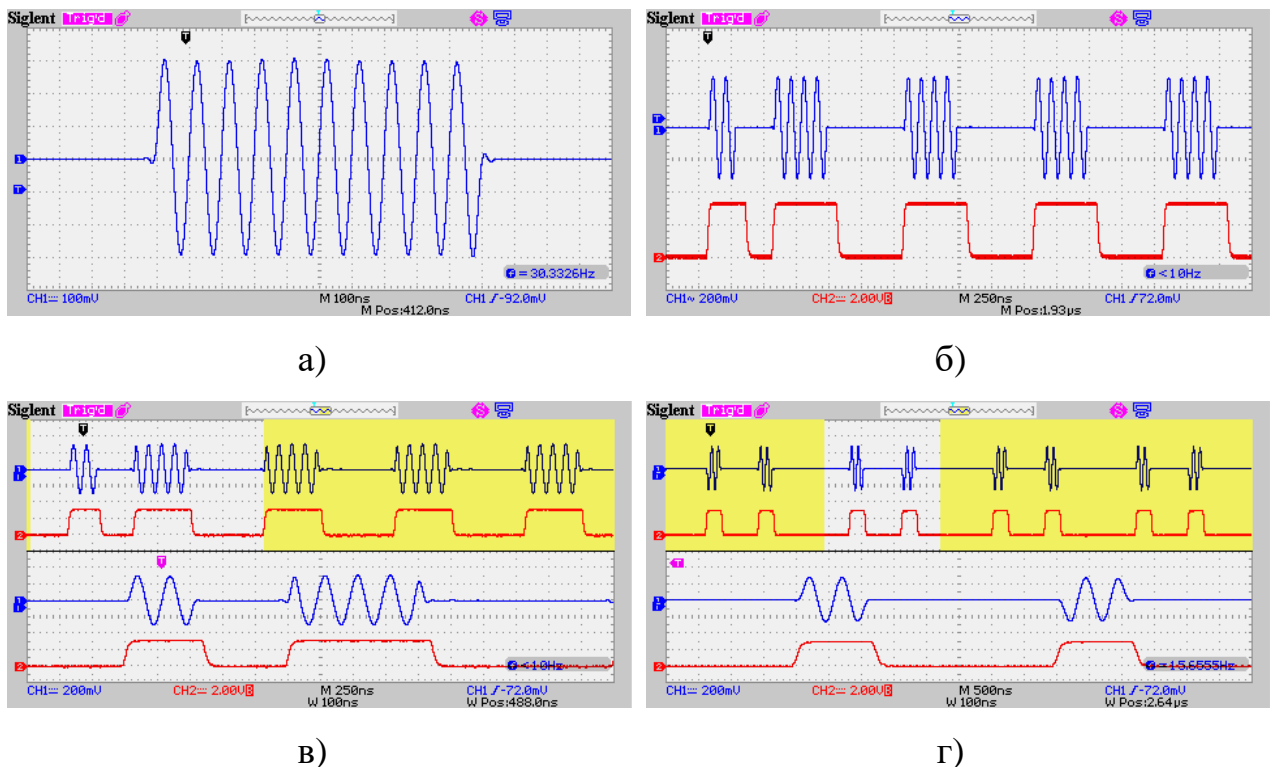


Рис. 4.22. Осцилограми напруг на виході формувача імпульсних послідовностей: одиничний імпульс (а), послідовність Карра-Паррселла (б), послідовність Мейбума-Гілла (в), послідовність MREV-8 (WANУHA) (г)

Розроблений пристрій досліджено, як в одно, так і в багатоімпульсному режимах. Спектри вихідного сигналу ПЦЧС наведені на рис. 4.21. Осцилограми напруги на виході пристрою при формуванні найбільш поширених в ЯКР послідовностей приведені на рис. 4.22. Діапазон робочих частот розробленого пристрою вибрано 1 – 50 МГц, що обмежується частотами ЯКР актуальних ядер ізотопів  $^{14}\text{N}$ ,  $^{35}\text{Cl}$ ,  $^{63}\text{Cu}$ ,  $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{71}\text{Ga}$ ,  $^{113}\text{In}$ ,  $^{115}\text{In}$  та ін.

#### **4.8. Апаратна реалізація та експериментальні випробування цифрової системи керування радіоспектрометром**

Конструктивно система керування імпульсним портативним радіоспектрометром ЯКР виконана у вигляді модульної структури (рис. 4.23), що включає основну плату з ядром на базі ПЛІС EP1C12F324, рідкокристалічний індикаторний дисплей TD035STEB2, органи керування, давачі температури та порти вводу-виводу. Конфігурація ПЛІС забезпечувалась завантаженням програмного коду через JTAG програматор. Інформація про роботу радіоспектрометра та текучі налаштування його параметрів відображається на 3,50-дюймовому РКІ. Звукову індикацію забезпечує електромагнітний звуковий випромінювач. Матрична клавіатура 4×4 забезпечує оператору навігацію по меню користувача та введення налаштувань параметрів радіоспектрометра, текучі значення яких зберігаються у енергонезалежній пам'яті. Формування тактових та імпульсів синхронізації роботи пристрою забезпечується термостабілізованим кварцовим генератором частотою 24 МГц.

Контроль робочої температури у вимірювальній комірці радіоспектрометра та температури нагріву радіатора передавача забезпечують два цифрові інтегральні давачі температури DS18B20 з'єднані з ПЛІС по 1-Wire інтерфейсу. Вибрана роздільна здатність перетворювачів температури складає 0,125°C [144]. Для контролю частоти синтезатора розроблено окремий вимірювальний канал, що містить обмежувач рівня,



аналоговий компаратор та цифровий частотомір. В запропонованій системі керування радіоспектрометром також реалізовано годинник реального часу на базі мікросхеми DS3231SN з автономним живленням [145]. Наявність зазначених вузлів дозволить оперативно фіксувати не тільки резонансні частоти ЯКР, але і час та робочу температуру проведення експерименту, що особливо важливо при дослідженні зразків із температурною залежністю параметрів резонансних спектрів [96, 146]. Для контролю нештатних ситуацій (перевищення максимальної вихідної потужності, перегрів вузлів спектрометра, нестабільність напруг живлення, і т. п.) передбачені окремі порти типу 1-Wire, на які поступають сигнали помилки (DDS\_Act, Uctrl, DIR, REF). У випадку відхилення від норми значень вказаних параметрів робота спектрометра блокується, про що вказують виведені на дисплей попереджувальні символи.

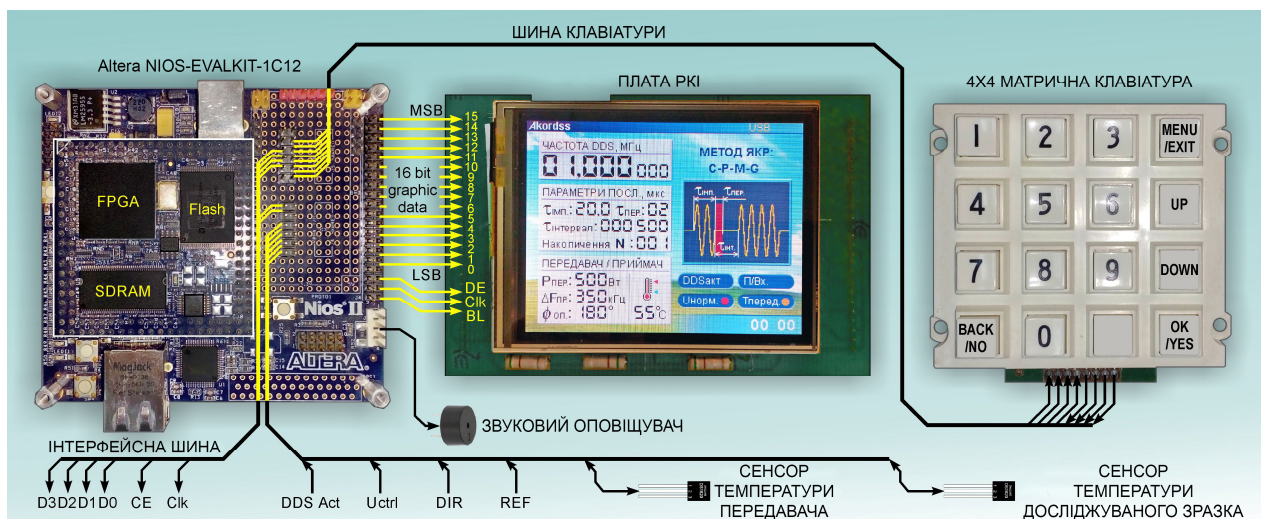


Рис. 4.23. Модульна структура розробленої системи керуванням радіоспектрометром ЯКР

Передавання команд на виконавчі пристрої радіоспектрометра забезпечується через 4-х розрядну інтерфейсну шину (ІШ) зі швидкістю передавання даних 3,15 Мбіт/с. Дана шина дозволяє передавати паралельний код налаштування параметрів на системну плату з подальшим передаванням на цифровий синтезатор частот, формувач радіоімпульсів, програматор

послідовностей, прийомо-передавальний тракт, керовані фільтри та інші функціональні вузли радіоспектрометра. Параметри сформованих кодових послідовностей керування радіоспектрометром ЯКР, що передаються на його ПШ наведені в таблиці 4.1. Схема живлення пристрою умовно розділена на вузол керування, блок основних та чергових стабілізаторів напруги і електронно-керований ключ. Останнє дозволяє реалізувати «режим очікування» та забезпечити сумісність із зовнішнім джерелом живлення стандарту АТХ, гальванічно розв'язане керування яким здійснюється через порт «P\_ON».

Таблиця 4.1.

Параметри кодових послідовностей, що транслюються на інтерфейсну шину керування радіоспектрометром ЯКР

Параметр	Діапазон значень	Одиниця виміру	Довжина слова
Синтезатор частот			
Несуча частота	10÷50000000	Гц	28 Біт
Формувач послідовності збудження			
Тривалість імпульсу збудження	0,1÷100	мкс	12 Біт
Тривалість мертвого часу	0,1÷100	мкс	12 Біт
Тривалість паузи	$1 \times 10^{-6} \div 1$	с	24 Біт
Номер послідовності	1–6	-	4 Біти
Передавач			
Вихідна потужність	100÷1000	Вт	4 Біт
Приймач			
Смуга фільтра	1÷990	кГц	12 Біт
Підсилення НЧ сигналу	0÷99	дБ	8 Біт
Фаза опорного сигналу	0÷359	град.	12 Біт
Кількість ітерацій	1÷512	-	12 Біт

Діючий макет розробленої системи керування перевірено в комплексі з описаними в [91] синтезатором частоти та формувачем імпульсних послідовностей радіоспектрометра ЯКР. Створене багатосторінкове меню користувача (рис. 4.24) дозволяє здійснювати зручне та інтуїтивно зрозуміле налаштування параметрів функціональних модулів спектрометра ЯКР. В результаті випробувань макету була встановлена відповідність його функціональних можливостей усім вимогам, що висувуються до портативної апаратури релаксаційної та імпульсно-резонансної спектроскопії.

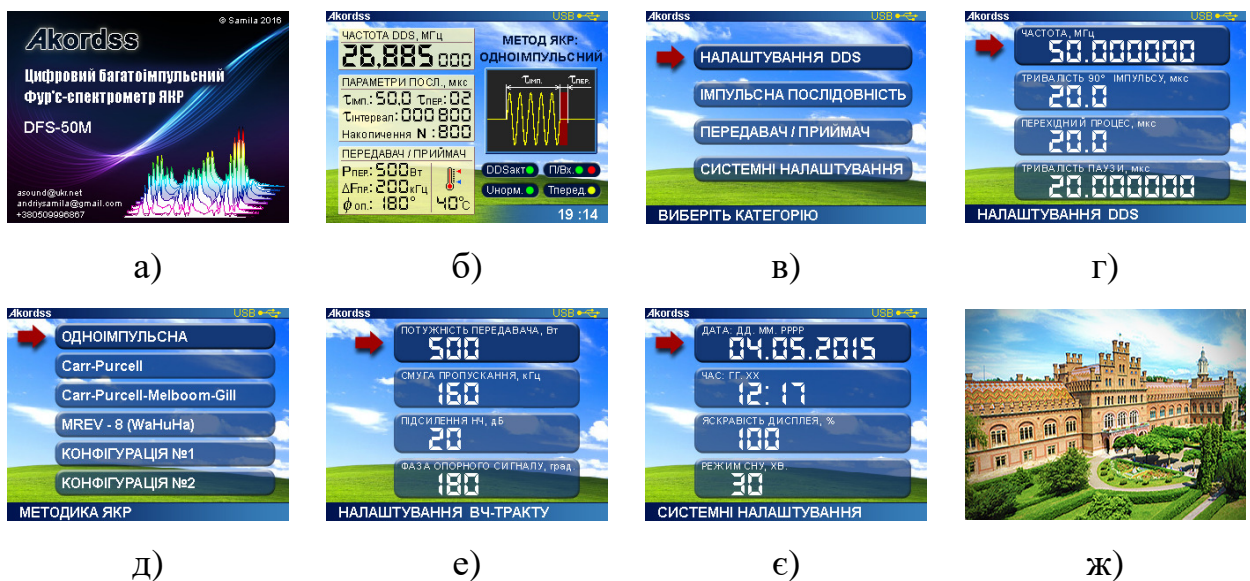


Рис. 4.24. Графічний інтерфейс системи керування радіоспектрометром ЯКР: стартовий екран (а), головний екран інтерфейсу користувача (б), сторінка входу в головне меню (в), сторінка налаштувань параметрів синтезатора частоти (г), сторінка вибору методики ЯКР (д), сторінка налаштувань прийомо-передавального тракту (е), сторінка системних налаштувань (є), екранна заставка режиму очікування (ж).

### Висновки до 4-го розділу

1. Запропоновано схемотехнічні рішення давача імпульсного радіоспектрометр ЯКР, що забезпечують усунення «дзвону» приймальної котушки коливального контуру і придушення перехідного процесу в

приймальному тракту. Надійне закривання приймального тракту в паузах між імпульсами зондування (до 100 дБ для несучої частоти) забезпечується 3-ма однотипними каскадами на двозатворних польових транзисторах.

2. Запропоновано широкосмуговий підсилювач ВЧ для роботи у складі установок імпульсної спектроскопії та релаксометрії, що призначенні для досліджень ЯКР в діапазоні частот 1 – 50 МГц. Вихідний каскад пристрою побудований за двотактною схемою на основі потужних n-канальних MOSFET-транзисторів увімкнених попарно-паралельно. Це дозволяє забезпечити середню вихідну потужність на рівні 400 – 500 Вт. Проведено оцінювання залежності модуля і аргументу комплексного коефіцієнту підсилення від частоти підсилювального сигналу. Встановлено, що нерівномірність АЧХ в діапазоні частот 2 – 38 МГц становить  $\pm 0,4$  дБм.

3. Для зменшення споживаної потужності та, як наслідок, сумарної розсіюваної потужності реалізоване імпульсне керування зміщенням робочих точок транзисторів. В результаті цього вдалось зменшити розсіювану потужність на 45,8 – 98,39 % для радіоімпульсів шпаруватістю  $10 \leq S \leq 1000$ . Розрахункові дані підтверджені результатом тепловізійного дослідження температурних полів плати підсилювача.

4. В імпульсному спектрометрі ЯКР з Фур'є-перетворенням сигналів спаду спінової індукції запропоновано рознесення робочих частот синхронного детектора та зонduючого імпульсу шляхом застосування роздільних прямих цифрових синтезаторів частот. Використання «прив'язки» початкової фази зонduючого імпульсу до опорної частоти синхронного детектора дозволило вирішити дві важливі задачі під час реєстрації широкосмугових (до 0,5 МГц) резонансних спектрів в діапазоні частот ЯКР 10 – 50 МГц: забезпечення рівномірного збудження спінової індукції; послаблення проникнення паразитного сигналу з частотою зонduючого імпульсу у приймальний тракт спектрометра.

5. Розроблена структура та принципова електрична схема системної плати спектрометра, цифрове обчислювальне ядро якої реалізоване на базі

ПЛІС EP4CE15E22C8. Застосування двокаскадної фільтрації засобами вбудованих інтерполяційних фільтрів та зовнішнього ФНЧ з частотою зрізу 70 МГц уможливило генерацію сигналів збудження ЯКР з низьким рівнем спектральних складових вищих порядків. Результати експериментальних випробувань показали, що пристрій забезпечує формування імпульсних послідовностей, необхідних для проведення релаксаційних досліджень у діапазоні частот 1 – 50 МГц.

6. Проведено експериментальні випробування діючого макету цифрової багатофункціональної системи керування імпульсним Фур'є радіоспектрометром ЯКР у комплексі з синтезатором частоти та формувачем імпульсних послідовностей радіоспектрометра ЯКР. Результати досліджень підтвердили функціональність розробки та її сумісність з існуючими стандартами апаратури ЯКР спектроскопії.

7. Цифрова система керування імпульсним Фур'є радіоспектрометром ЯКР лабораторного типу, головні функціонально-алгоритмічні методи, якої реалізовано в ПЛІС Cyclone EP1C12F324 та рідкокристалічному індикаторному дисплеї TD035STEB2, може бути застосована, як універсальна апаратна база для розроблення інтерактивних меню та користувальницьких інтерфейсів радіотехнічних пристроїв категорії «Смарт», шляхом модифікації структури машинного автомату та інтеграції необхідних функціональних модулів.

## РОЗДІЛ 5

### Апаратно-програмна реалізація системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР

#### 5.1. Апаратна реалізація системи збору даних

Важливою умовою організації та проведення радіофізичного експерименту є наявність зручної системи збору даних (СЗД). У випадку досліджень ЯКР імпульсним методом до СЗД можна сформулювати ряд вимог – висока швидкодія та пропускна здатність, наявність синхронізації запуску імпульсу зондування, можливість проводити багатократні запуски для реалізації цифрового накопичення та усереднення резонансних сигналів [147]. Водночас, невід’ємною складовою СЗД є зручний та універсальний інтерфейс зв’язку з персональним комп’ютером. Виходячи із зазначених вимог та з широти пропозицій апаратних інтерфейсних рішень, для реалізації СЗД вибрана мікросхема мультипротокольного, двонаправленого USB↔245FIFO перетворювача FT2232H, що забезпечує передавання даних зі швидкістю до 480 Мб/с [148]. Схема електрична принципова та топологія друкованої плати розробленої СЗД наведені на рис. 5.1 та рис. 5.2, відповідно.

Мікросхема *U2* FT2232H забезпечує можливість роботи з послідовними і паралельними інтерфейсами. Наявність буферної пам’яті обсягом 8 кБ дозволяє реєструвати в одному циклі 65536 точок, що при швидкості передавання даних 15 МБ/с (режим асинхронного FIFO FT245) еквівалентно часовому інтервалу сигналу спаду вільної індукції (СВІ) тривалістю ~4,4 мс. Враховуючи те, що ширина спектру ЯКР для більшості атомних ізотопів не перевищує 1 МГц, використання режиму асинхронного FIFO FT245 цілком достатньо для реалізації СЗД. При цьому, другий канал *U2* використано для передавання службових команд керування радіоспектрометром ЯКР. Мікросхема EEPROM *U3* слугує для встановлення конфігурації *U2* засобами протоколу Microwire під керуванням USB.

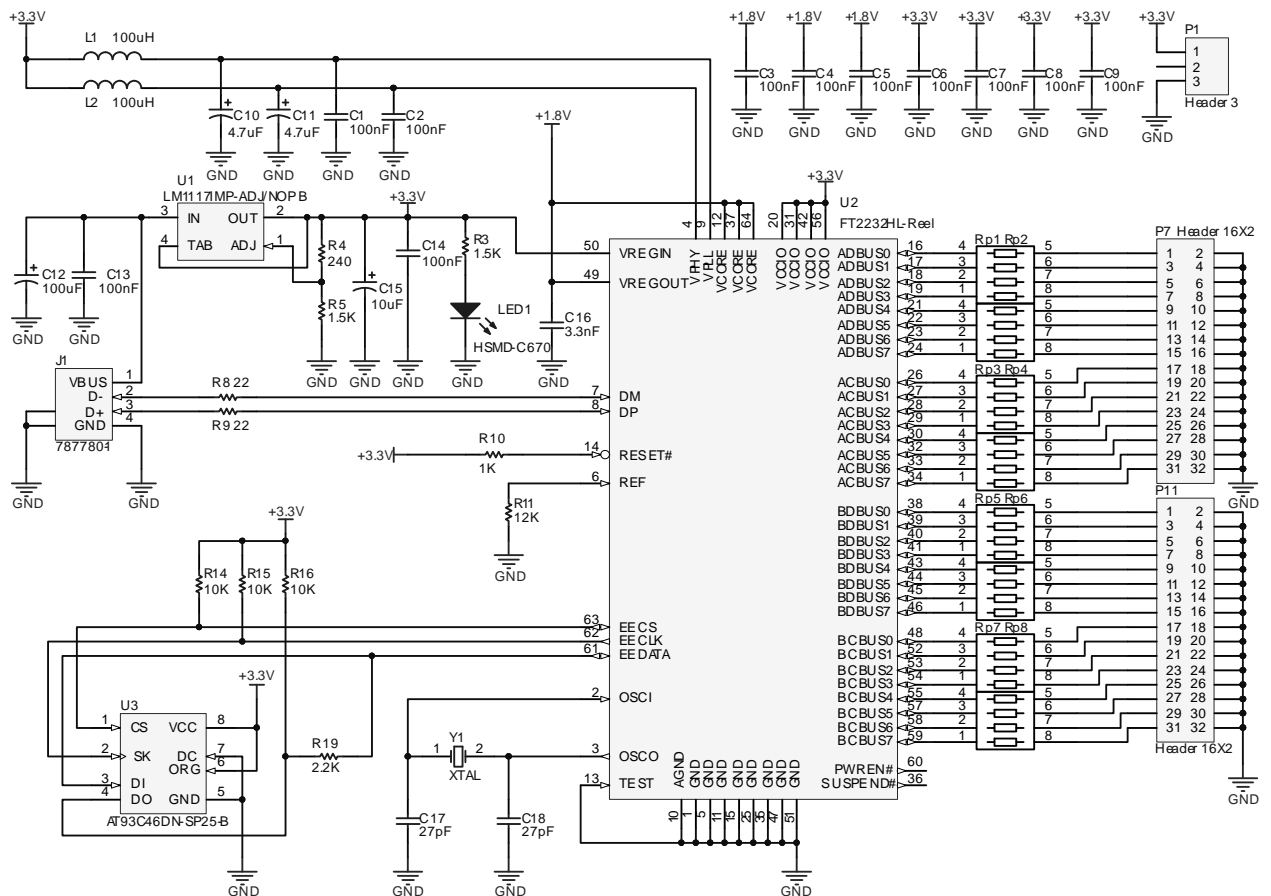


Рис. 5.1. Схема електрична принципова апаратної частини системи збору даних імпульсного радіоспектрометра

Таким чином, використання мікросхеми FT2232H дозволило реалізувати одночасну роботу двох незалежних каналів передавання даних в одному апаратному USB інтерфейсі, що зручно при розгортанні вимірювальної системи на базі ПК з обмеженим числом USB портів (ноутбук, планшетний ПК).

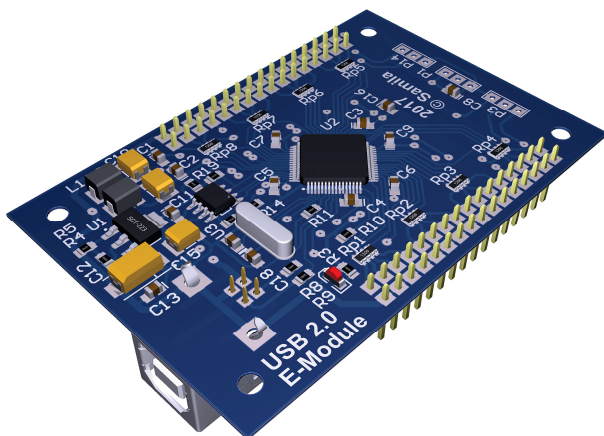


Рис. 5.2. Топологія апаратної частини USB-інтерфейсу, розробленого для СЗД імпульсного спектрометра ЯКР

## 5.2. Синтез віртуального інструмента LabView

Задача візуалізації та оброблення даних радіофізичного експерименту вирішувалась шляхом створення програмного забезпечення на базі системи автоматизованого проектування (САПР) National Instruments LabVIEW. САПР LabVIEW надає широкі можливості для реалізації багатьох вимірювальних приладів та функцій для математичного оброблення результатів вимірювань [149, 150].

Віртуальний інструмент (ВІ) СЗД синтезований засобами графічного об'єктно орієнтованого програмування. Вихідним кодом для реалізації віртуального інструмента є його блок-схема, яка відображає графічне представлення програмованої задачі. На рис. 5.3 показано блок-схему підпрограми віртуального інструмента, що забезпечує функцію оброблення масиву даних, отриманих від реального об'єкта з використанням USB-інтерфейсу на базі FT2232H та зовнішнього аналогово-цифрового перетворювача і подальшу візуалізацію сигналу вільної спінової індукції. Застосування синхронізованого програмного циклу *Timed Loop* дозволило реалізувати режим багатократного експерименту для цифрового усереднення даних.

Структура *Flat Sequence Structure* (верхня частина схеми на рис. 5.3) реалізована на основі бібліотек FTDI і слугує для ініціалізації апаратного USB пристрою, переведення його в режим приймання та побайтового передавання даних на інші віртуальні інструменти циклу *Timed Loop*.

Оператори процедур програмного керування FTDI пристроєм: GDI – зчитування опису, ODD – надання доступу, RD – скидання, T/R – вибір пам'яті, GQS – зчитування числа байтів в буфері, RBD – зчитування байту даних, CD – завершення доступу.

Сигнал СВІ після дії радіочастотного імпульсу збудження для  $k$ -ї резонансної частоти має вигляд експоненційно згасаючого коливання:

$$s(t) = A \sum_{k=1}^d K_k e^{-[\beta_k + i\omega_k(T)]t} + n(t).$$



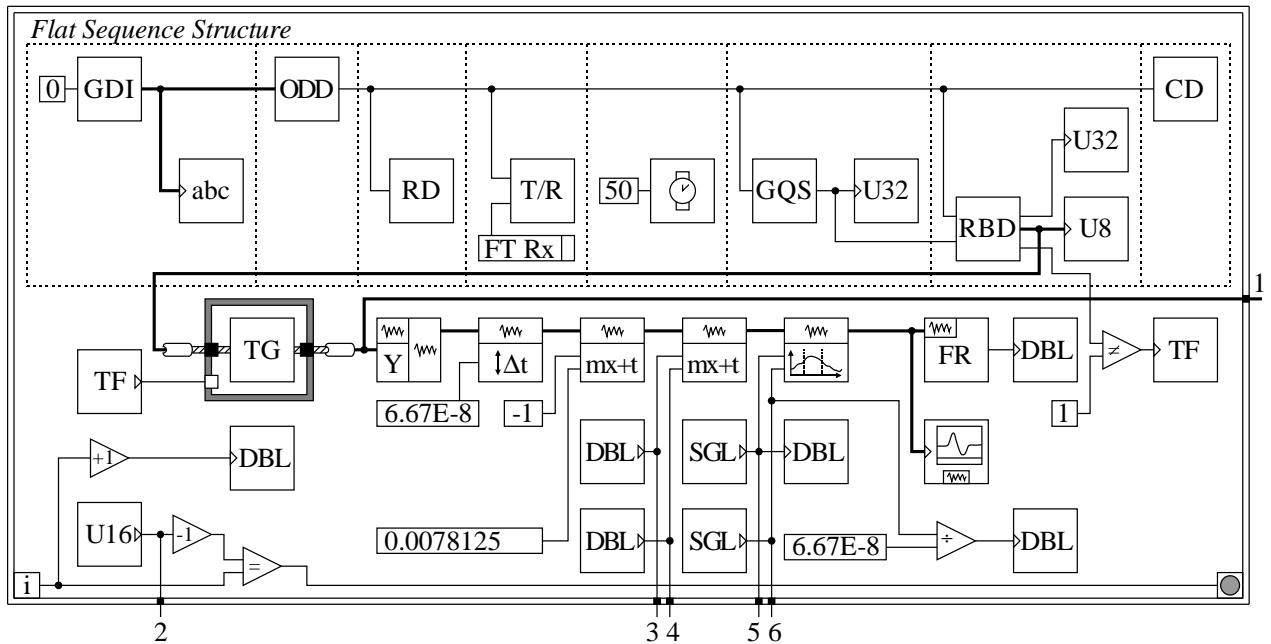


Рис. 5.3. Структурна схема ВІ для зчитування та оброблення масиву експериментальних даних: abc – термінал ASCII, DBL – термінал чисел подвійної точності, FR – блок визначення носійної частоти, SGL – термінал чисел одинарної точності, TF – термінал логічних даних, TG – блок синхронізації, U8(U16) – термінал беззнакових цілих.

Комплексний ряд Фур'є дискретизованого сигналу СВІ, представленого послідовністю з  $N$  відліків на інтервалі спостереження  $T_c = NT_\delta$  матиме вигляд:

$$s_\delta(t) = T_\delta \sum_{k=-\infty}^{\infty} \dot{C}_k e^{j2\pi k \frac{t}{T_c}},$$

де  $k = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$ ,  $T_\delta$  – інтервал дискретизації, а комплексні коефіцієнти ряду є комплексними амплітудами спектральних складових:

$$\dot{C}_k = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} s(n) e^{-j2\pi k \frac{n}{N}}.$$

Пряме застосування дискретного перетворення Фур'є для  $N$  вибірок вимагає збільшення обчислювальних ресурсів персонального комп'ютера. Однак, у нашому випадку розмір послідовності задовольняє умові  $N = 2^m = 65536$ , тому для розрахунку амплітудного спектру застосовуємо швидке перетворення Фур'є.

Для реалізації ШПФ з метою візуалізації усередненого сигналу СВІ в частотній області та аналізу окремих складових спектру ЯКР, реалізовано блок-схему підпрограми ВІ СЗД, що зображена на рис. 5.4. Блок-схема, основою якої є модулі  $FFT$  та  $PS/PSD$ , дозволяє застосовувати алгоритми віконного цифрового оброблення спектральних характеристик сигналів СВІ (прямокутне, Хеннінга, Хеммінга, Блекмана та інші) а також надає можливість відображення енергетичного спектру ЯКР.

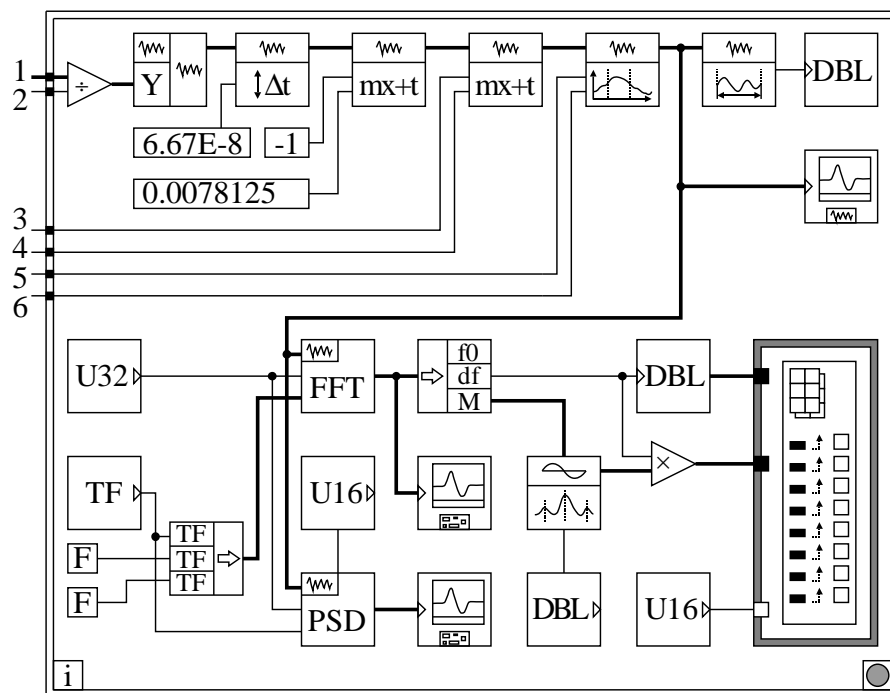


Рис. 5.4. Структурна схема ВІ для спектрального аналізу СВІ

Аналогічно інтервалу  $T_\delta$  в часовій області, існує інтервал між компонентами  $C_k$ , що визначає роздільну здатність за частотою:

$$\Delta f = \frac{f_\delta}{N}.$$

Сигнал СВІ оцифровується з частотою дискретизації  $f_\delta = 15$  МГц, отже інтервал між  $N$  вибірками складає близько  $6,67 \times 10^{-8}$  с. При постійній  $f_\delta$  частотний інтервал  $\Delta f$  для  $N = 65536$  складає 229 Гц і зростає до 0,9 кГц при зменшенні  $N$  до 16384 (випадок реєстрації мультиплетних широкосмугових спектрів ЯКР, тривалість СВІ  $\approx 650$  мкс) [151, 152].

Графічний інтерфейс віртуального інструмента, синтезованого для СЗД імпульсного спектрометра ЯКР зображений на рис. 5.5.

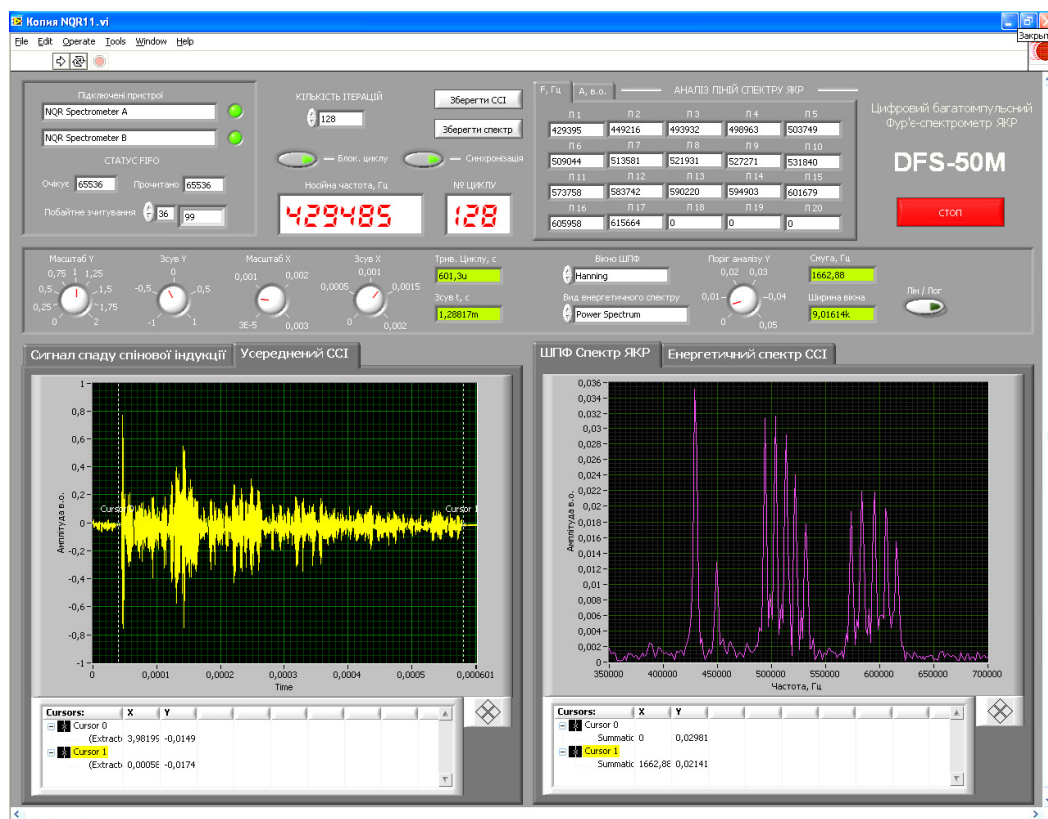


Рис. 5.5. Графічний інтерфейс віртуального інструмента LabVIEW, розробленого для СЗД імпульсного спектрометра ЯКР

### 5.3. Часова фільтрація резонансних сигналів

Інформація, яку представляє сигнал спаду вільної індукції, може бути накопичена шляхом проведення багатократно повторюваного експерименту. Наявність шумів у приймальному тракті спектрометра ЯКР приводить до того, що кожне окреме вимірювання буде супроводжуватись деякою помилкою. Щоби зменшити дану помилку використовують усереднення періодично повторюваного сигналу. Можливо сказати, що ця процедура дійсно є оптимальною по критерію максимальної правдоподібності, якщо корисний сигнал приймається на фоні адитивного шуму, який має нормальний розподіл [153, 154].

Припустимо для простоти, що шум є білим, а апріорні відомості про

корисний сигнал відсутні. Тоді функція правдоподібності результатів виміру може бути записана в наступному вигляді [153]:

$$P\left(\frac{x}{s}\right) = C \exp\left\{-\frac{1}{G_0} \int_0^{T_H} |x(t) - s(t)|^2 dt\right\}, \quad (5.1)$$

де  $x(t) = s(t) + n(t)$  – вхідна дія, яка має корисний сигнал  $s(t)$  і адитивний шум  $n(t)$ ;  $G_0$  – спектральна густина потужності шуму;  $T_H$  – інтервал спостереження вхідного процесу;  $C$  – нормуючий коефіцієнт.

Періодичний сигнал можна представити наступним чином:

$$s(t) = \sum_{k=0}^{n-1} m(t - kT) \text{ при } 0 \leq t - kT \leq T, \quad (5.2)$$

де  $T$  – період сигналу;  $n = T_H/T$  – кількість періодів сигналу, яка проходить за час спостереження  $T_H$ .

Підставивши (5.2) в (5.1) та зробивши деякі перетворення отримаємо [8]:

$$P\left(\frac{x}{s}\right) = C \exp\left\{-\frac{1}{G_0} \int_0^{T_H} x^2 dt + \frac{2}{G_0} \sum_{k=0}^{n-1} \int_0^T x(t + kT) m(t) dt - \frac{n}{G_0} \int_0^T m^2(t) dt\right\}. \quad (5.3)$$

В якості оцінки форми сигналу  $m(t)$  приймається наступна функція  $\tilde{m}(t)$ , яка максимізує функцію правдоподібності  $P(x/s)$ . Як видно з (5.3) оцінка рівна:

$$\tilde{m}(t) = \frac{1}{n} \sum_{k=0}^{n-1} x(t + kT),$$

Тобто для виділення періодичного сигналу, який замаскований білим нормальним шумом, необхідно знайти середнє значення вихідного процесу за  $n$  періодів [153].

Визначимо значення відношення сигнал/шум для даного методу усереднення [155]:

$$S/N = \frac{S_{0\max}}{\langle |n_i(t)|^2 \rangle}.$$

В даному випадку з виходу спектрометра сигнал  $x(t)$ , який складається з корисного сигналу  $s_i(t)$  та напруги шуму  $n_i(t)$  під час  $n$  послідовних ідентичних проходжень спектру тривалістю  $T$  поступає на вхід СЗД. Під час кожного проходження проводиться деяке число дискретних вибірок, і ці значення додаються до відповідних значень, які зберігаються в пам'яті комп'ютера. Ми вважаємо, що значення сигналу в вибірці відповідає середньому значенню вхідного сигналу за час тривалості імпульсу стробування  $\epsilon$ . Якщо сигнал  $s_i(t)$  повільно змінюється між стробуваннями, то пікове значення сигналу  $s_0(t)$  після усереднення по часу буде рівне:

$$s_{0\max} = n s_{i\max},$$

де  $s_{i\max}$  – пікове значення сигналу при однократному проходженні спектру. Звідси видно, що сигнали складаються когерентно.

На відміну від цього напруга шумів  $n_i(t)$  є випадковою функцією часу, так що шуми складаються некогерентно. Але припущення, що шуми при послідовних проходженнях спектру тривалістю  $T$  є стохастично незалежними, зазвичай не має підґрунтя. Ці шуми є частиною однієї випадкової функції  $n_i(t)$  і в них можуть мати місце сильні кореляційні ефекти.

Якщо вважати, що випадкова функція  $n_i(t)$  стаціонарна та ергодична, а її середнє значення рівне нулю. Напруга шумів після усереднення по часу,  $n_0(t)$  матиме вигляд [155]:

$$n_0(t) = - \sum_{y=0}^{n-1} \int_{t+yT}^{t+yT+\epsilon} n_i(\tau) d\tau, \quad (5.4)$$

де сума береться по  $n$  послідовним проходженням, а інтегрування проводиться по часу стробування  $\epsilon$ . Тоді потужність шумів після усереднення по часу:

$$\sigma_0^2 = R^{-1} \langle n_0(t)^2 \rangle_{av}, \quad (5.5)$$

де  $R$  – опір, на якому вимірюється напруга, а  $\langle \dots \rangle_{av}$  – усереднення по ансамблю. Підставимо (5.4) в (5.5) і проведемо спочатку усереднення по

ансамблю. В даному випадку зручно ввести функцію кореляції  $K_i(t)$  напруги шумів  $n_i(t)$ , яка визначається наступним чином:

$$K_i(t - \tau) = R^{-1} \langle n_i(t)n_i(\tau) \rangle_{av}.$$

Враховуючи наявність однакових кореляційних членів, один з двох інтегралів легко вираховується. Отримаємо для потужності шумів:

$$\sigma_0^2 = n\bar{K}_i(0) = 2 \sum_{y=1}^{n-1} (n-y)\bar{K}_i(yT), \quad (5.6)$$

де  $\bar{K}_i(t)$  – виправлена функція кореляції, яка враховує вплив часу стробування  $\varepsilon$  та визначається виразом:

$$\bar{K}_i(t) = \frac{1}{\varepsilon^2} \int_0^{\varepsilon} [K_i(t-\tau) + K_i(t+\tau)](\varepsilon-\tau)d\tau. \quad (5.7)$$

$\bar{K}_i(t)$  відрізняється суттєво від  $K_i(t)$  тільки в тих областях  $t$ , де  $\bar{K}_i(t)$  сильно змінюється за час  $\varepsilon$ . Взагалі кажучи, цей вплив помітний лише в першому члені виразу (5.6), а кореляційні члени більш високих порядків найчастіше залишаються не змінними.

Вираз (5.6) визначає повну потужність шумів. В ньому враховані всі компоненти, в тому числі дуже низькочастотні. Повний час вимірів  $T_t = nT$  завжди кінцевий і не дозволяє спостерігати дуже низькі частоти  $f \ll 1/T_t$ . Такі частоти шуму, зазвичай називають дрейфом, не впливають на відношення  $S/N$ , а викликають зсув базової лінії всього спектру. В більшості практичних випадків зсув базової лінії не має значення. Тому, щоби отримати дійсну потужність шумів  $\sigma_0^2$ , необхідно вирахувати частину потужності, яка пов'язана із зсувом базової лінії. Якщо вважати, що весь час проходження  $T$  повністю покривається вибірками тривалістю  $\varepsilon$ , то середня потужність, яка зв'язана із зсувом базової лінії, рівна:

$$\sigma_b^2(T_t) = \frac{1}{R} \left\langle \left[ \frac{1}{T_t} \int_0^{T_t} n_0(t) dt \right]^2 \right\rangle_{av} = 2 \int_0^n (n-x)\bar{K}_i(xT) dx. \quad (5.8)$$

Мертвим часом між вибірками ми знехтували.

В результаті отримаємо істину потужність шумів:

$$\sigma^2 = n\bar{K}_i(0) + 2\sum_{y=1}^{n-1}(n-y)\bar{K}_i(yT) - 2\int_0^n(n-x)\bar{K}_i(xT)dx. \quad (5.9)$$

З цього виразу видно, що зазвичай потужність шумів не зростає пропорційно числу проходжень  $n$ , отже, закон « $\sqrt{n}$ » для відношення  $S/N$  не є загальним, а залежить від виду функції кореляції, тобто від спектру потужності шумів у кожному конкретному випадку.

Отже відношення сигнал/шум після часового усереднення стає рівним:

$$S / N = ns_{if \max} / \sigma\sqrt{R}, \quad (5.10)$$

де  $s_{if \max}$  – максимальне значення  $s_{if}(t)$ , а  $\sigma$  можливо визначити з виразу (5.9).

#### 5.4. Вплив виду кореляційної функції шумів на процес усереднення сигналу

З виразу (5.10) видно, що відношення  $S/N$  зростає пропорційно кореню квадратному з числа проходжень тільки в тому випадку, якщо потужність шумів  $\sigma^2$  пропорційна числу проходжень  $n$ . Щоби з'ясувати, при яких умовах це так, визначимо з допомогою виразу (5.9) потужність шумів  $\sigma^2$  після усереднення по часу для ряду типових форм функцій кореляції шумів [155].

**Випадок дії білого шуму.** Білий шум характеризується незалежністю спектральної густини потужності шумів від частоти (постійність спектральної густини). Такою постійністю спектральної густини характеризуються зазвичай шуми теплового походження, наприклад, дробовий шум, обмежений просторовим зарядом, або джонсовський шум.

Функція кореляції для білого шуму, як відомо, має вигляд:

$$K_i(t) = 2\pi P_i \delta(t), \quad (5.11)$$

де  $P_i$  – густина потужності на 1 рад/сек. ширини смуги, а  $\delta(t)$  – дельта-функція Дірака.

Підставляючи в вираз (5.7) кореляційну функцію (5.11) і визначивши

вираз (5.9), можливо знайти потужність шумів після усереднення по часу:

$$\sigma^2 = 2\pi n P_i (1/\varepsilon - 1/T), \quad (5.12)$$

звідки видно, що потужність шумів пропорційна числу проходжень  $n$ . Тому в випадку білого шуму «закон  $\sqrt{n}$ » для підвищення чутливості виконується. Це не дивно, оскільки білий шум в деякому розумінні є повністю некогерентним і відповідно, не може здійснювати ніяких кореляційних ефектів між послідовними проходженнями. Другий член в виразі (5.12), в склад якого входить  $1/T$ , обумовлений зміщенням базової лінії, яке пов'язане з низькочастотним шумом, це зміщення зазвичай мале і тому ним можливо знехтувати. Тоді потужність шумів стає зворотно пропорційною тривалості вибірок  $\varepsilon$ . Значить, чим більше вибірок (які відповідають меншій тривалості  $\varepsilon$ ) взято за заданий час  $T$ , тим менше стає відношення  $S/N$  [155].

**Випадок дії небілого шуму.** В ідеальному спектрометрі генерується тільки білий шум, який виникає в опорі джерела сигналу детектора. Але в більшості реальних спектрометрів існують додаткові джерела шумів, які генерують «небілий» шум. Наприклад – контактний шум (типу  $1/f$ ) в напівпровідниках, тепловий дрейф, мікрофонні шуми і взагалі нестабільності. Всі ці джерела дають шум, спектральна густина якого зростає з пониженням частоти. Виникає питання, чи виконується при цьому «закон  $\sqrt{n}$ » для чутливості. Виявляється, що, взагалі кажучи, ні. Для того щоб більш детально розібратися в даній задачі необхідно розглядати конкретний клас кореляційних функцій [155].

Важливим класом автокореляційних функцій, які зустрічаються в задачах про самі різні випадкові процеси, є експоненційно-косинусоїдальні функції. Шум такого роду спостерігається, наприклад, на виході  $RC$ -фільтру низьких частот або  $LC$ -фільтру з одним резонансом, на вході яких присутній білий шум. Кореляційні функції даного типу часто використовуються для апроксимації шуму з довільною кореляційною функцією, тому любую таку функцію  $K(t)$ , яка задовольняє вимозі  $K(t) \rightarrow 0$  при  $t \rightarrow \infty$ , можливо



апроксимувати кінцевою лінійною комбінацією (найменших квадратів) функцій цього ж типу [155].

Експоненційно-косинусоїдальна автокореляційна функція визначається наступним виразом:

$$K_i(t) = \sigma_i^2 e^{-\alpha|t|} \cos \beta t. \quad (5.13)$$

Її форма задається двома параметрами  $\alpha$  і  $\beta$ , які задовольняють вимозі:

$$\alpha > 0, \beta \geq 0. \quad (5.14)$$

Потужність шумів у виразі (5.13) – це  $\sigma_i^2$ . Відповідний спектр потужності  $P_i(\omega)$ , який отриманий шляхом перетворення Фур'є кореляційної функції  $K_i(t)$  складається з двох кривих лоренцевої форми, центральна частота яких відповідає  $\omega = \pm\beta$ , а півширина на пів висоті рівна  $\alpha$ . При  $\beta/\alpha > \sqrt{3}$  в спектрі потужності спостерігається два піки. При  $\beta/\alpha \leq \sqrt{3}$  спектр потужності наростає в бік низьких частот і має максимум при  $\omega = 0$ .

Визначення виразу (5.9) для експоненційно-косинусоїдального шуму, при знехтуванні впливу часу вибірки  $\varepsilon$  (який частіше непомітний) дає наступний вираз для потужності шумів після часового усереднення:

$$\sigma^2 = \sigma_0^2 - \sigma_b^2, \quad (5.15)$$

де

$$\sigma_0^2 = \sigma_i^2 \left\{ n \frac{1 + e^{-\alpha T}}{1 - e^{-\alpha T} + \left[ (4 \sin^2 \beta T / 2) / (e^{\alpha T} - 1) \right]} - 2 \operatorname{Re} \left[ \frac{1 - e^{n(-\alpha + i\beta)T}}{(1 - e^{(-\alpha + i\beta)T})^2} e^{(-\alpha + i\beta)T} \right] \right\}, \quad (5.16)$$

$$\sigma_b^2 = 2\sigma_i^2 \left\{ n \frac{\alpha}{(\alpha^2 + \beta^2)T} - \frac{\alpha^2 - \beta^2}{(\alpha^2 + \beta^2)^2 T^2} [1 - \cos(\beta n T) e^{-\alpha n T}] - \frac{2\alpha\beta}{(\alpha^2 + \beta^2)^2 T^2} \sin(\beta n T) e^{-\alpha n T} \right\}. \quad (5.17)$$

З даних формул видно, що, взагалі кажучи, потужність шумів не зростає пропорційно числу проходжень  $n$ .

Розглянемо більш детально часткові випадки.

1. *Пік в спектрі потужності на частоті, яка кратна частоті повторення розгортки.*

В шумах часто мають місце частково періодичні компоненти, наприклад, шуми з частотою мережі живлення або мікрофонні шуми. Ці компоненти приводять до появи піків в спектрі потужності шумів. Ширина піків визначається стабільністю частоти періодичних процесів. Якщо ці частоти не співпадають з гармоніками частоти повторення розгортки спектру  $\omega_r = 2\pi/T$  то в процесі усереднення по часу вони послаблюються так само як і хаотичні шуми. Якщо ж частоти періодичних компонент шумів співпадають з гармоніками частоти повторення розгортки, то ці компоненти мають жорсткі фазові співвідношення з дослідними сигналами. При кожному проходженні спектру вони дають однаковий вклад і ведуть себе в точності як сигнал, який з'являється періодично з частотою  $\omega_r$ . Таким чином, усереднення по часу не послаблює гармонік  $\omega_r$ . Розглянемо випадок піка в спектрі потужності шумів, півширина якого на пів висоті рівна  $\Delta\omega = \alpha$ , а середня частота співпадає з гармонікою частоти повторення  $\omega_r$ . Якщо середня частота цієї смуги шумів  $\beta = 2\pi m/T$  достатньо велика, то зсув базової лінії буде малим і відповідати середній потужності  $\sigma_b^2$ . Тоді вираз для потужності шумів після усереднення буде мати вид:

$$\sigma^2 = \sigma_i^2 \left\{ n \frac{1 + e^{-\alpha T}}{1 - e^{-\alpha T}} - 2e^{-\alpha T} \frac{1 - e^{-n\alpha T}}{(1 - e^{-\alpha T})^2} \right\}. \quad (5.18)$$

Можливі два граничних випадки:

1. Якщо смуга частот шумів достатньо широка ( $\alpha \gg 2\pi/T$ ), то потужність шумів пропорційна числу проходжень  $n$  і чутливість зростає пропорційно кореню квадратному з  $n$ .

2. Якщо смуга частот шумів дуже вузька ( $\alpha \ll 2\pi/n_{\max}T$ , де  $n_{\max}$  – максимальне число проходжень), то потужність шумів зростає пропорційно  $n^2$ . В цьому випадку відношення сигнал/шум не залежить від числа

проходжень і не може бути покращене методом усереднення (якщо загальний час вимірів  $T$  залишиться незмінним).

Якщо розглянути проміжні випадки, які характеризуються різними значеннями  $\alpha T$ , то в усіх випадках при достатньо великій кількості проходжень закон зміни чутливості, наближається до « $\sqrt{n}$ », але по мірі зменшення ширини піка шумів поліпшення відношення  $S/N$ , яке можливо досягти, стає все менше. Наприклад, якщо тривалість розгортки рівна 60 с, то, щоби здійснився вплив на  $\sqrt{n}$ -залежність відношення сигналу до шуму, пік в спектрі шумів повинен мати ширину менше 0,02 Гц. Це показує, що пік в спектрі потужності шумів може впливати на процес усереднення по часу тільки в граничних випадках.

## 2. Шум з експоненціальною функцією кореляції.

Нехай параметр  $\beta$  у виразі (5.13) рівний нулю. В цьому випадку спектр потужності шумів  $P_i(\omega)$  має вигляд:

$$P_i(\omega) = \pi^{-1} \sigma_i^2 \left[ \alpha / (\alpha^2 + \omega^2) \right].$$

Відомо, що експоненційний шум отримується, наприклад, при фільтрації білого шуму  $RC$ -фільтром низьких частот; в цьому випадку  $\alpha = 1/RC$  – частота, яка відповідає спаду на 3 дБ. З іншої сторони, часто виявляється можливим характеризувати зростання шуму спектрометра на низьких частотах чисто експоненціальною функцією кореляції.

В цьому випадку запобігти зсувам базової лінії неможливо, і вираз (5.16) і (5.17) приводяться до виду:

$$\sigma_0^2 = \sigma_i^2 \left\{ n \frac{1 + e^{-\alpha T}}{1 - e^{-\alpha T}} - 2e^{-\alpha T} \frac{1 - e^{-n\alpha T}}{(1 - e^{-\alpha T})^2} \right\}, \quad (5.19)$$

$$\sigma_b^2 = \frac{2\sigma_i^2}{\alpha T} \left\{ n - \frac{1}{\alpha T} [1 - e^{-\alpha n T}] \right\}. \quad (5.20)$$

З цих формул можливо зробити наступні висновки. Потужність шуму після усереднення,  $\sigma^2$ , не пропорційна числу проходжень, по яких проводиться усереднення. Але видно, що при достатньо великій кількості

проходжень перші члени виразів (5.19) і (5.20) стають переважними та потужність шуму починає зростати пропорційно  $n$ .

В залежності від значення  $\alpha T$  можливі дві граничні умови [155]:

1.  $\alpha T \gg 1$ . В цьому випадку потужність шуму пропорційна числу проходжень  $n$  при всіх значеннях  $n$ .

2.  $\alpha T \ll 1$ . В цьому випадку при невеликій кількості проходжень (при умові  $n \ll 1/\alpha T$ ) потужність шуму пропорційна  $n$ . В області  $n \approx 1/\alpha T$  потужність шуму зростає повільніше. При  $n \gg 1/\alpha T$  вона знову стає пропорційною  $n$ . Коефіцієнт пропорційності при великих  $n$  в 2 рази менший, ніж при  $n \ll 1/\alpha T$ . Використовуючи даний результат для визначення відношення сигнал до шуму можливо бачити, що в області  $n \approx 1/\alpha T$  відношення  $S/N$  зростає швидше, ніж в відповідності з «законом  $\sqrt{n}$ ». Але, оскільки загальне збільшення в порівнянні із залежністю  $\sqrt{n}$  складає всього  $\sqrt{2}$ , воно не є суттєвим.

Звідси видно, що в деяких випадках зростання шуму на низьких частотах використання усереднення за часом може навіть стати більш ефективним, ніж в випадках білого шуму. Але як видно відхилення від «закона  $\sqrt{n}$ » зазвичай незначні.

3. Шум, який характеризується лінійною комбінацією експоненційних функцій автокореляції.

Кореляційні функції, які характеризують хаотичний рух, який спостерігається в спектрометрах, часто можливо апроксимувати лінійною комбінацією додатних експоненційних членів:

$$K_i(t) = \sum_k A_k e^{-\alpha_k |t|}; \quad A_k > 0, \quad \alpha_k > 0, \quad (5.21)$$

або

$$K_i(t) = \int_0^{\infty} A(\alpha) e^{-\alpha |t|} d\alpha; \quad A(\alpha) \geq 0. \quad (5.22)$$

В цьому випадку функція кореляції  $K_i(t)$  і відповідний спектр потужності  $P_i(\omega)$  є монотонно спадаючими функціями своїх аргументів. Всі кореляційні функції, які можливо описати виразом (5.21) або (5.22), займають

область від білого шуму до шуму типу  $1/f^2$ . В їх число входить ряд кореляційних функцій, які мають практичне використання.

Потужність шуму після усереднення по часу  $\sigma^2$  є лінійною функцією функції кореляції, і тому визначення для кожного числа в формулах (5.21) та (5.22) можливо проводити окремо (по крайній мірі при таких  $A(\alpha)$ , які допускають зміну порядку інтегрування). У відповідності з попередніми розрахунками, кожний член окремо дає потужність на виході, яка відрізняється не більше ніж в 2 рази від строгої пропорційності числу проходжень  $n$ . Тому потужність шуму  $\sigma^2$ , яка являє собою суму всіх цих членів, які мають однаковий знак, також буде пропорційна числу проходжень з множителем, який не перевищує 2.

Звідси видно, що для шуму, функція кореляції якого має приведенний вище вид, відношення  $S/N$  відрізняється від функції виду  $\sqrt{n}$  на множник, який не перевищує  $\sqrt{2}$ .

Функцію кореляції шуму, який має спектр потужності виду:

$$P_i(\omega) = P_i / |\omega|^\lambda; \quad 0 < \lambda < 2 \quad (5.23)$$

можливо представити інтегралом типу (5.22). В цей клас входить, наприклад, шум виду  $1/f$ . В [155] доведено, що при  $0 < \lambda \leq 1$  потужність шуму строго пропорційна числу проходжень. «Закон  $\sqrt{n}$ » для чутливості в цьому випадку виконується при будь-якому значенні  $n$ . Дуже імовірно, що це справедливо і для інтервалу  $1 < \lambda < 2$ , хоча довести це складніше.

Легко зрозуміти, що шум, спектр потужності якого зображується лінійною комбінацією членів виду (5.23) дає на виході шум, потужність якого також строго пропорційна числу проходжень. Важливим прикладом шуму цього роду є лінійна комбінація білого шуму і шуму виду  $1/f$ . Спектр потужності зростає на дуже низьких частотах у відповідності з законом  $1/f$  і стає постійним на високих частотах. Такий характер шуму часто зустрічається на практиці. В даному частому випадку «закон  $\sqrt{n}$ » для чутливості виконується в точності [155].

## 5.5. Алгоритми лінійного та нормованого усереднення

Усереднення в часі може здійснюватися за одним із двох алгоритмів: звичайне лінійне або нормоване сумування з поступовим виведенням результатів на екран монітора.

В основу алгоритму методу лінійного усереднення покладена наступна формула:

$$M = \sum_{k=1}^n x(t_k + iT_0),$$

де  $t_k$  – початок відліку;  $T_0$  – інтервал часу між вибірками дискретних значень розгортки  $x(t)$ ;  $n$  – число розгортки (число циклів накопичення);  $i$  – поточне значення вибірки;  $k$  – поточне значення розгортки;  $x(t_k + iT_0)$  – дискретне значення реалізації на  $i$ -ій вибірці.

Блок-схема підпрограми, яка реалізує алгоритм лінійного усереднення, зображена на рис. 5.6. Згідно з наведеною блок-схемою, спочатку перевіряється значення розгортки  $k$ . Якщо воно більше від заданого числа проходів  $n$ , то проходить зміна режиму виводу на екран монітора на безпосередній показ даних з великого кільцевого буферу (ВКБ), розміщеного в оперативній пам'яті ПК. Даний алгоритм усереднення більше не буде виконуватися доти, доки користувач не змінить режим роботи програми. Якщо ж значення  $k$  менше від  $n$ , то починається виконання циклу де  $i$  змінюється від 0 до  $m$ .

У даному циклі, крім сумування значень даної та попередньої розгортки при однаковій вибірці, визначаються координати точки  $(x,y)$  у графічній області – частина екрану монітора куди виводиться сигнал. Після закінчення циклу виконається збільшення значення розгортки на одиницю та починається новий збір даних у ВКБ.

На рис. 5.7 зображений вигляд сигналу при значеннях  $n = 1, 10, 100$  та відповідно криві  $a, б, в$ . При одному проході розгортки рівень сигналу настільки малий, що знаходиться на рівні шумів (рис. 5.7,а). Але вже при  $n = 10$  сигнал перевищує шум, а при  $n = 100$  значно перевищує рівень шумів.

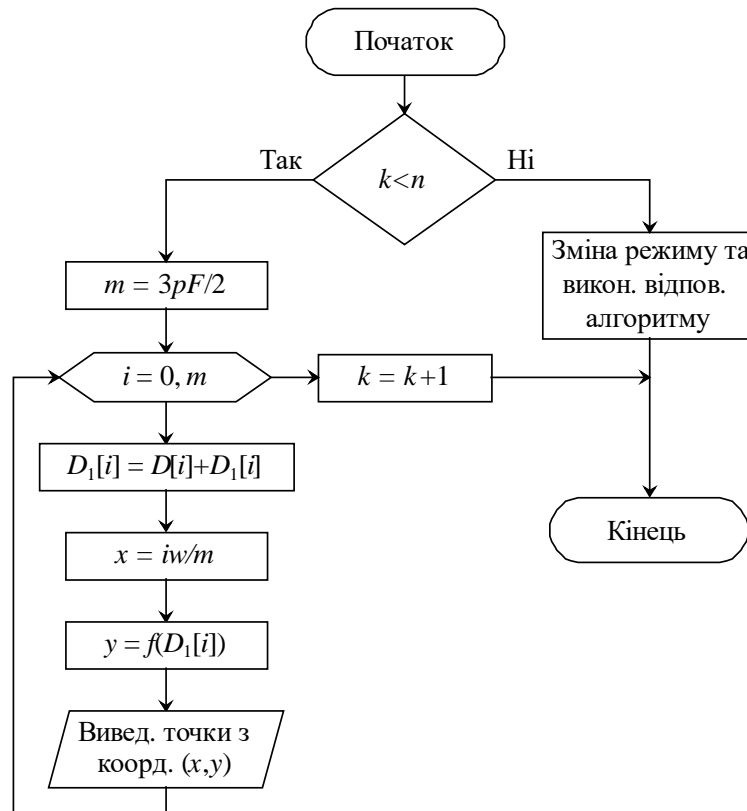


Рис. 5.6. Блок-схема підпрограми лінійного усереднення

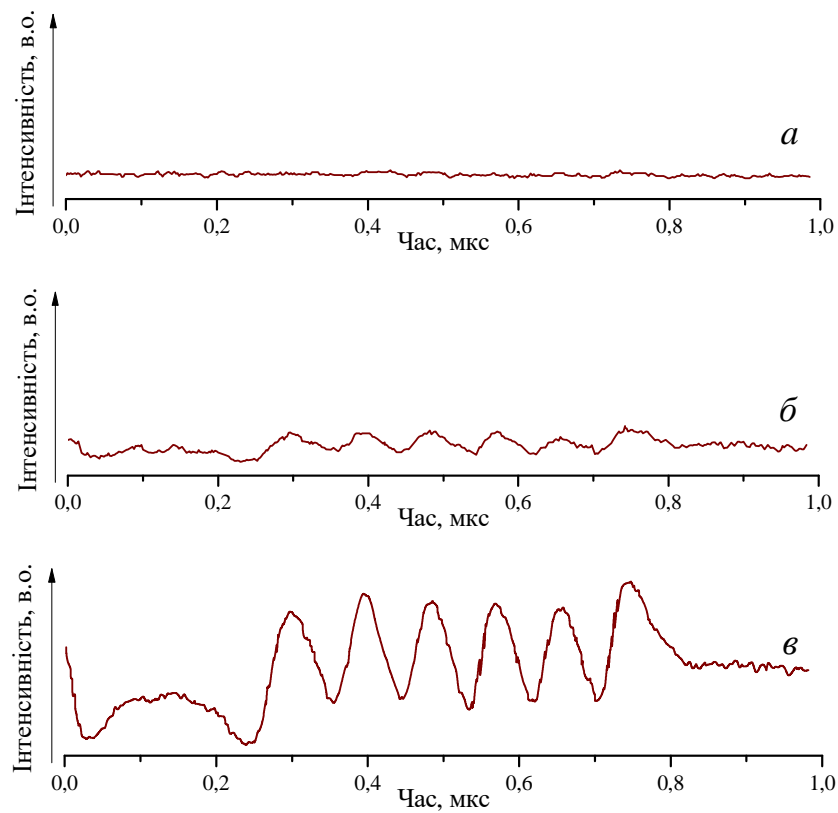


Рис. 5.7. Результат лінійного усереднення сигналу ЕПР домішок іонів  $Mn^{2+}$  у напівпровідниковій сполуці  $PbTe$ , при  $n = 1$ (а), 10(б), 100(в).

Отриманий сигнал відповідає спектру ЕПР домішок іонів  $Mn^{2+}$  у напівпровідниковій сполуці  $PbTe$ .

Проте алгоритму лінійного усереднення притаманний суттєвий недолік – швидке переповнення розряду комірки пам'яті внаслідок того, що вона становить 2 байти. Крім того, при наявності постійної складової в шумовому спектрі спостерігається неперервне переміщення базової лінії вверх разом із корисним сигналом.

Недоліки притаманні методу лінійного усереднення сигналу усуваються при нормованому усередненні. В цьому випадку в процесі накопичення поточної оцінки середніх значень ординат вхідного сигналу, можна спостерігати на екрані монітора нормований сигнал, який «звільнений» від випадкової шумоподібної складової (рис. 5.8) при нерухомій базовій лінії.

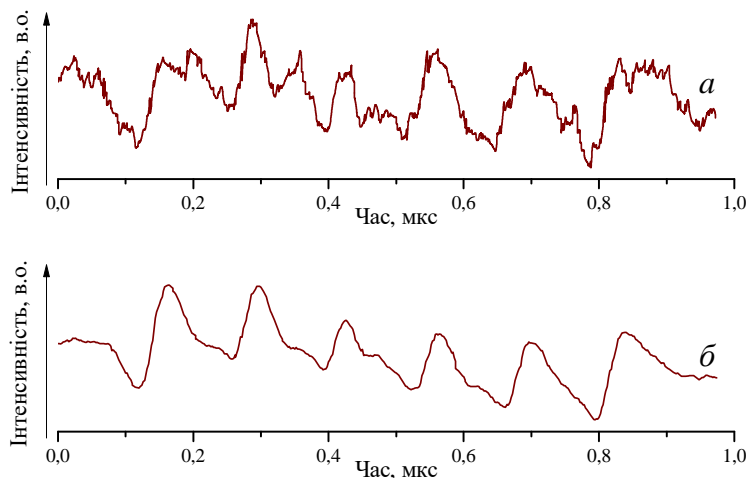


Рис. 5.8. Результат нормованого усереднення сигналу ЕПР  $Mn^{2+}$  у  $Pb_{1-x}Ge_xTe$ : при  $n = 1$  (а) та при  $n = 100$  (б)

В основу принципу нормованого усереднення покладений рекурентна формула:

$$M_k^i = M_{k-1}^i + \frac{f(t_k + iT_0) - M_{k-1}^i}{2^q},$$

де  $N$  – кількість повторень розгортки;  $M_k^i$ ,  $M_{k-1}^i$  – поточне значення



середнього за результатами  $k$  та  $k - 1$  проходів;  $k$  – поточне значення розгортки, яке змінюється від 0 до  $n$ ;  $n$  – значення степені, яке дорівнює 0 або 1, якщо  $k = 1$  або 2, інші  $q$  вибираються з нерівності:

$$3 \cdot 2^{q-2} - 1 < k < 3 \cdot 2^{q-1}. \quad (5.24)$$

Блок-схема підпрограми, яка реалізує алгоритм нормованого усереднення, зображена на рис. 5.9. В даному випадку усереднення проводиться за рекурентною формулою, в якій  $q$  вибирається згідно з нерівністю (5.24).

Слід зауважити, що даний алгоритм дозволяє слідкувати за порівняно повільними змінами синхронного сигналу. При цьому постійна часу згладжування визначається коефіцієнтом нормування  $2^q$ .

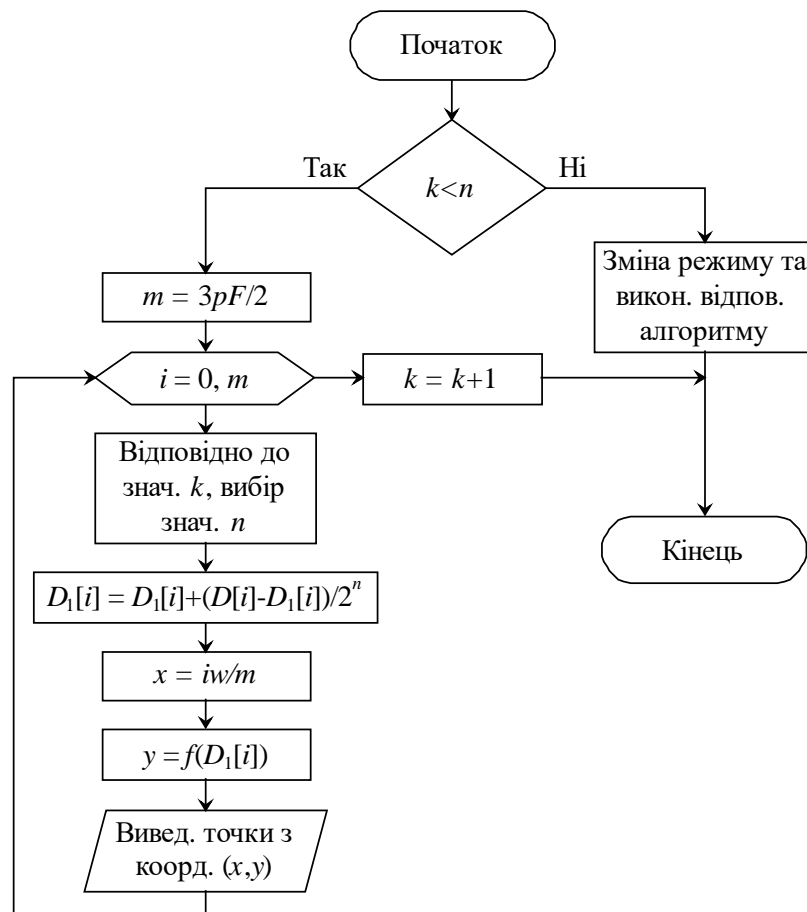
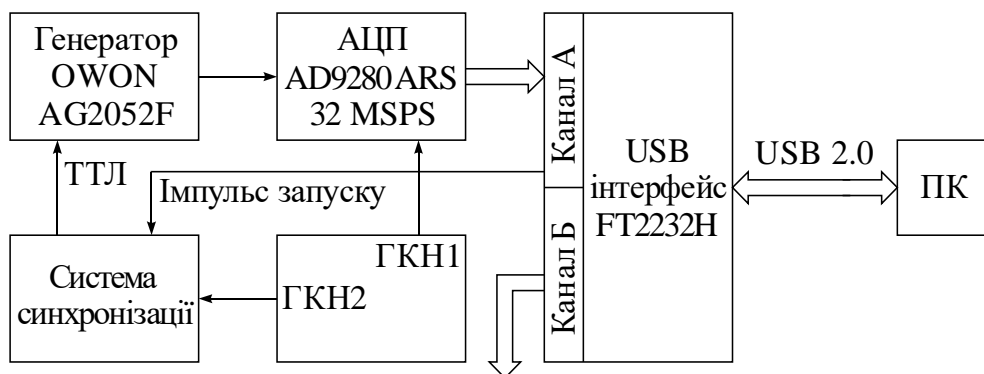


Рис. 5.9. Блок-схема підпрограми нормованого усереднення

## 5.6. Експериментальні дослідження СЗД

Експериментальні випробування розробленої системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР проводились в лабораторних умовах із застосуванням тестового сигналу СВІ, характерного для ЯКР ізотопу  $^{115}\text{In}$  кристалічної структури  $\text{InSe}$ . Особливістю даної кристалічної структури є наявність політипних модифікацій, що призводить до складних мультиплетних спектрів ЯКР [151, 152]. Тому головними критеріями для вибору ЯКР ізотопу  $^{115}\text{In}$  в якості тестового сигналу слугували: число спектральних компонент – 12 ліній, широкий діапазон частот  $\approx 600$  кГц, висока роздільна здатність спектру – до 5 ліній на смугу частот 40 – 50 кГц. Лабораторна установка для проведення досліджень зображена на рис. 5.10. Тестовий сигнал ЯКР  $^{115}\text{In}$ , що відповідає спіновому переходу на частоті 20,5 МГц, синтезовано в MATLAB Simulink та завантажено в пам'ять цифрового генератора OWON AG2052F [156]. Для оцифровування сигналу та буферизації даних на апаратний модуль USB-інтерфейсу застосовано відлагоджувальну плату, що містить ПЛІС EP1C6Q240C8, АЦП AD9280ARS та інші додаткові функціональні модулі [157].



На модуль керування спектрометром ЯКР

Рис. 5.10. Лабораторна установка для експериментальних випробувань розробленої СЗД імпульсного спектрометра ЯКР: ГКН1 – вихід генератора керованого напругою (15 МГц), ГКН2 – вихід генератора керованого напругою (50 МГц), TTL – вхід синхронізації цифрового генератора сигналів OWON AG2052F

Умовою коректного проведення радіофізичного експерименту є наявність синхронізації між початком робочого циклу СЗД та початком імпульсу зондування ЯКР [93, 147]. Для реалізації задачі синхронізації розроблено конфігураційну структуру на ПЛІС, фрагмент якої зображено на рис. 5.11.

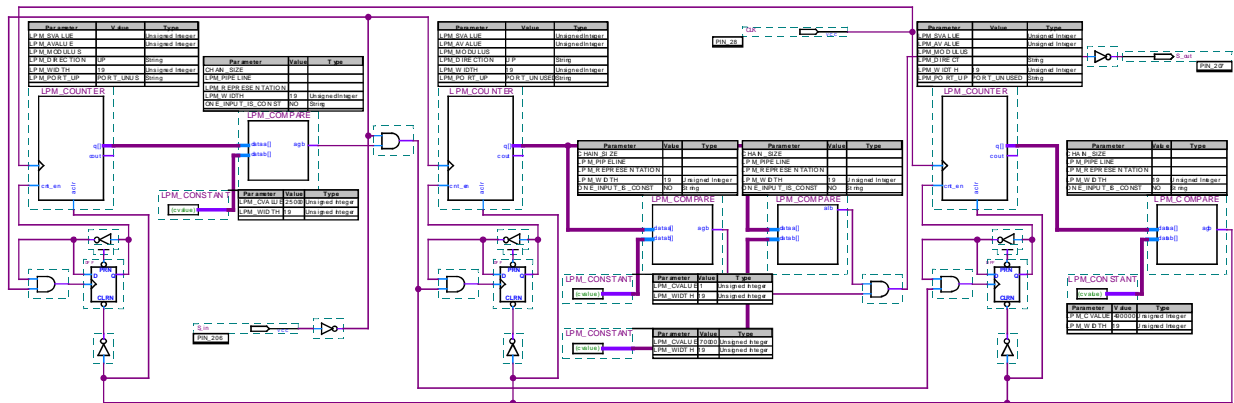


Рис. 5.11. Схема формування синхроімпульсу запуску

Конфігураційна структура для формування синхроімпульсу запуску складається із трьох таймерів і забезпечує формування синхроімпульсу запуску ЯКР спектрометра на її виході, у відповідності до поступання на її вхід пакету імпульсів ініціалізації USB-інтерфейсу. Перший таймер встановлює тривалість імпульсу гасіння (5 мкс), необхідного для шунтування входу приймального каналу радіоспектрометра під час дії імпульсу зондування та перехідного процесу в котушці спектрометра, другий – тривалість імпульсу синхронізації (1 мкс), третій – тривалість циклу повторення експерименту (500 мс). Модулі *LPM Counter* слугують лічильниками тактових імпульсів частотою 15 МГц і встановлюють величину часових інтервалів у відповідності до значень числових констант *LPM Constant* (рис. 5.11).

В таблиці 5.1 наведено порівняння технічних характеристик розробленої системи збору даних для імпульсного радіоспектрометра ЯКР з найближчими прототипами.

Таблиця 5.1.

## Порівняння характеристик розробленої СЗД з найближчими прототипами

Параметр	Розроблена СЗД	СЗД на базі USB осцилографа BORDO-421 [158]	SpinCore RadioProcessor-G [159]
Частота дискретизації АЦП	7,5 ÷ 15 МГц*	100 МГц	75 МГц
Розрядність АЦП	16 ÷ 8 біт*	10 біт	14 біт
Ширина зареєстрованого спектру	3,75 ÷ 7,5 МГц*	50 МГц	9,4 МГц
Роздільна здатність за частотою	229 Гц	763 Гц	72 Гц
Кількість комплексних точок	32768 ÷ 65536*	65536	16384
Інтерфейс ПК	USB	USB	PCI
Вартість апаратури СЗД	50 у.о.**	365 у.о.	2500 у.о.

\*Встановлюються програмно у вказаних діапазонах в залежності від параметрів зовнішнього АЦП (визначається умовами експерименту).

\*\*Приблизна вартість комплектуючих та технологічних операцій з виготовлення.

### Висновки до 5-го розділу

1. Результатом вирішення задачі збору даних сигналів ядерної спінової індукції стало розроблення компактної СЗД для імпульсного спектрометра ЯКР, шляхом апаратної реалізації швидкісного USB-інтерфейсу та синтезу віртуального інструмента LabVIEW.

2. Запропоновано апаратно-програмну реалізацію компактної системи збору даних для імпульсного спектрометра ядерного квадрупольного резонансу, апаратні рішення якої базуються на основі мультипротокового USB–245FIFO перетворювача FT2232H. Апаратна частина USB-інтерфейсу забезпечує одночасну роботу двох незалежних каналів із загальною швидкістю передавання даних до 480 Мб/с.

3. Формування синхроімпульсу запуску уможливорює використання системи у режимі багатократного експерименту з метою цифрового накопичення і усереднення даних. Показником високої інформативності розробленої СЗД є візуалізація складних мультиплетних спектрів ЯКР з

шириною смуги до 7,5 МГц та роздільною здатністю за частотою  $\approx 200$  Гц.

4. Проведений аналіз основних методів виділення сигналу з шумів, визначено переваги та недоліки кожного з методів. Розглянуті граничні умови використання методу усереднення по часу при дії різного роду шумів (білого і небілого). Розроблена програма, яка дозволяє в середовищі віртуального інструмента LabVIEW здійснювати усереднення сигналу за лінійним та нормованим алгоритмами.

5. Застосування запропонованої СЗД в портативних радіоспектрометрах ЯКР дозволить суттєво знизити вартість лабораторного обладнання при забезпеченні високого рівня умов проведення радіофізичних експериментів у галузях ШПФ-ЯКР та релаксаційної спектроскопії.

## РОЗДІЛ 6

### Апробація радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії шляхом експериментальних досліджень ЯКР у шаруватих напівпровідниках

#### 6.1. Актуальність застосування та фізико-хімічні властивості сполук *GaSe* та *InSe*

Сполуки моноселенідів галію та індію (*GaSe*, *InSe*) відносяться до напівпровідникових сполук типу  $A^3B^6$ . Вони володіють низкою цікавих фізичних властивостей і специфічною хімічною будовою, що є причиною невпинної до них уваги дослідників протягом останнього півстоліття. Підвищений інтерес до цих матеріалів викликаний потенційними можливостями їх застосування: в нелінійній оптиці [160-162], в перетворювачах сонячної енергії [163, 164], у високочутливих оптичних давачах інфрачервоного діапазону [110], в твердотільних джерелах електричного струму [165, 166] і високочутливих тензодавачах [167]. Сильна анізотропія хімічного зв'язку зумовлює можливість зміни їх фізичних властивостей шляхом інтеркаляції [168]. Особливо цікавою, з прикладної точки зору, виглядає можливість створення високоякісних гетероконтактів на їх основі, зокрема, як із застосуванням ван-дер-ваальсової епітаксії [169, 170], так і менш трудомістким механічним шляхом – методом прямого оптичного контакту [171, 172].

Властивості шаруватих напівпровідникових кристалічних сполук *InSe* та *GaSe* допускають побудову на їх основі фотодіодних структур [173-178], бар'єрів Шоткі [179], МДН приладів [180] та гетеропереходів [179, 181, 182-184]. Значний інтерес викликають гетеропереходи на основі *InSe* та *GaSe*, що створюються при термічному оксидуванні окремих кристалічних підкладок у повітрі [185, 186].

Шаруватість сполук групи  $A^3B^6$ , до якої відносяться моноселеніди галію та індію, призводить до сильної анізотропії кристалів, що викликає багато особливостей у їх фізичних властивостях. Важлива особливість

кристалічної структури – наявність політипізму, що є проблемою як в теоретичному аспекті, так і у практичному використанні пристроїв на основі вище згаданих напівпровідникових матеріалів і вона широко вивчається.

**Селенід галію (*GaSe*)** – м'яка шарувата речовина, червоно-рубінового кольору в тонких шарах і темно-червоного в об'ємному стані. Температура плавлення до 938 °С, густина 5,03 г/см<sup>3</sup> і мікротвердість порядку 30 кг/мм<sup>2</sup> [187]. Кристалічна гратка *GaSe* подібна до кристалічної гратки *GaS*, побудована з окремих атомних шарів, що чергуються, крім того, утворені із двох субшарів *Ga* і двох субшарів *Se* у послідовності ....*Se-Ga-Ga-Se*.... [188]. Зв'язок між шарами (*Se-Se*) типу ван-дер-Ваальса, а в шарах – ковалентний з невеликим іонним внеском. Кожний атом *Ga* оточений одним атомом *Ga* і трьома атомами *Se*. Атоми *Se* мають три найближчих сусіди в тому ж самому шарі і три додаткових атоми *Se* у сусідньому шарі [189]. Автори в [190] знайшли, що дана сполука кристалізується у чотирьох кристалографічних модифікаціях, які відрізняються послідовністю розташування шарів вздовж кристалографічної вісі. Упакування атомів в шарі – щільне гексагональне з параметрами:  $a = 3,755 \text{ \AA}$ ,  $c = 15,946 \text{ \AA}$  [189, 191]. Типове значення питомого електричного опору  $10^2 - 10^4 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ . Кристал має *p*-тип провідності з рухливістю дірок  $10 - 20 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$  і шириною забороненої зони ( $\Delta E_g$ ) порядку 2 еВ.

**Селенід індію (*InSe*)** – чорного кольору, не дуже тверда шарувата речовина, яка відшаровується на тонкі шари з гладкою поверхнею. Температура плавлення  $\sim 600 \text{ }^\circ\text{C}$ , густина 5,5 – 5,7 г/см<sup>3</sup>,  $\Delta E_g$  порядку 1,2 еВ, значення питомої електропровідності знаходиться в межах  $10^{-1} - 10^{-2} \text{ Ом}^{-1}\cdot\text{м}^{-1}$  з рухливістю до  $2 \cdot 10^{-1} \text{ м}^2/\text{В}\cdot\text{с}$ . Комірка гексагональна з параметрами:  $a = 4,05 \text{ \AA}$ ,  $c = 16,93 \text{ \AA}$  [192].

Анізотропія кристалічних структур групи  $A^3B^6$ , за рахунок наявності слабкого ван-дер-ваальсового зв'язку між їх шарами, дозволяє легко отримувати напівпровідникові підкладки з атомарно-гладкою поверхнею, що

у поєднанні з простими технологічними процесами (термічне окислення, ван-дер-ваальсовий контакт гомо- і гетерошарів, хімічний піроліз) дає можливість створювати поверхнево-бар'єрні діоди, *p-n*-гомо- та гетеропереходи. Це, з практичної точки зору, робить селеніди індію та галію перспективними сполуками для створення якісно нових напівпровідникових приладів, придатних для фотоелектроніки.

Крім того, інтеркальовані шаруваті сполуки використовуються у вигляді гетерогенних каталізаторів (для синтезу аміаку, відновлення і окислення органічних сполук, реакції галогенування), твердих електролітів, які володіють високою іонною провідністю [193]. З практичної точки зору досить цікавим і новим для вивчення є фотохімічне інтеркалювання напівпровідників із відповідною забороненою зоною [194]. На даний момент досліджується можливість використання таких систем для перетворення сонячної енергії та її акумулювання, а також для збереження оптичної інформації.

На основі шаруватих напівпровідникових структур типу  $A^3B^6$  встановлена можливість створення приладів для вимірювання прикладеного тиску. При дослідженні порівняно високоомних монокристалів селеніду галію та індію, які інтеркальовані іонами лужних металів, виявлена залежність величини електрорушійної сили від величини малого (до  $2 \cdot 10^5$  Па) абсолютного всестороннього тиску [195]. Абсолютну величину електрорушійної сили можна регулювати, змінюючи параметри технологічного процесу: густину струму інтеркалювання та тривалість процесу інтеркалювання.

За рахунок своєї дефектності, яка обумовлена наявністю політипізму, та одномірної структурної неупорядкованості, моноселеніди індію та галію є перспективними для створення на їх основі радіаційно-стійких радіотехнічних пристроїв, що є перспективним для атомної енергетики, науки, техніки та медицини.



## 6.2. ЯКР в моноселенідах галію та індію

Шаруваті напівпровідникові сполуки  $GaSe$  та  $InSe$  є перспективними матеріалами для фотоелектричних пристроїв на основі «оптичного контакту»  $p-GaSe-n-InSe$  [172]. Встановлено, що якість  $p-n$ -переходу суттєво залежить від передісторії матеріалу, що зумовлена, головним чином, відпалом вихідного матеріалу [196, 197]. Шаруватим сполукам  $GaSe$  та  $InSe$  притаманна дефектність кристалічної структури – політипія, упорядкування в якій піддається контролю. Наявність таких дефектів призводить до мультиплетності спектрів ЯКР, значення частотного діапазону яких становить біля сотні кілогерц. У цьому випадку для збудження спектру необхідне використання коротких (порядку декількох мікросекунд) імпульсів. Мультиплетність ЯКР призводить до складної форми биття в спаді ядерної індукції (рис. 6.1).

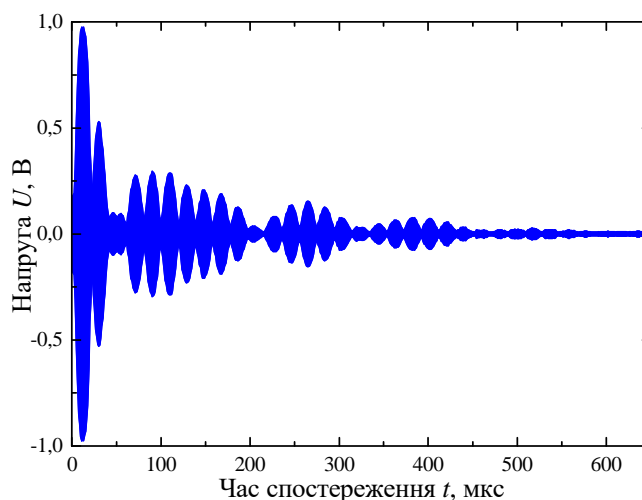


Рис. 6.1. Спад спінової ядерної індукції  $^{69}Ga$  в  $GaSe$  на виході ВЧ синхронного детектора. Тривалість імпульсу збудження  $\tau = 3$  мкс, потужність  $P = 200$  Вт

Порівняння спектрів ЯКР кристалічних зразків  $GaSe$ , вище описаними методами приведено на рис. 6.2 та рис. 6.3. Крива на рис. 6.2 відображає запис квадрупольного резонансу  $^{69}Ga$  в діапазоні сканування частоти 19,08 –

19,21 МГц. Дві групи ліній відображають наявність політипії  $\varepsilon$ - і  $\gamma$ -модифікацій. При реєстрації спектру використовувався синхронний детектор із реєстрацією сигналу на 2-й гармоніці частоти модуляції 122 Гц. В результаті сканування частоти відтворюється 2-похідна форми первісних резонансних ліній (рис. 6.2). Модуляція сигналу здійснювалась імпульсним біполярним магнітним полем з амплітудою 5 Гс. Крива на рис. 6.3 відображає той же резонансний спектр, отриманий після ШПФ спаду ядерної індукції. Збудження лінії здійснювалося РЧ імпульсом тривалістю 3 мкс і потужністю 200 Вт.

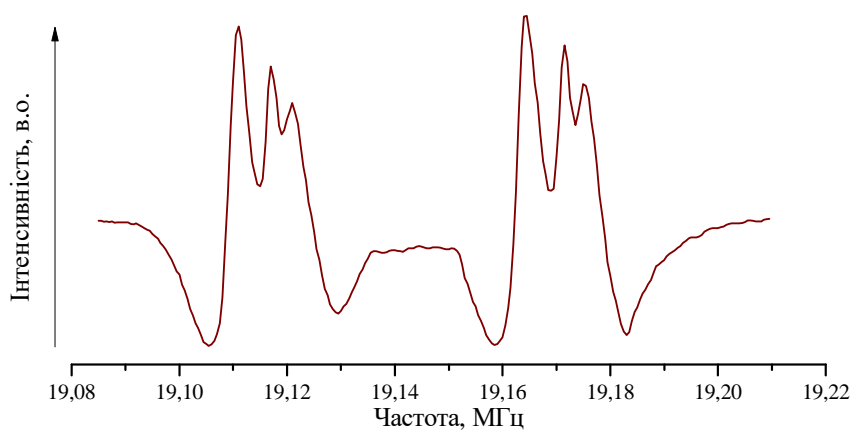


Рис. 6.2. Спектр ЯКР  $^{69}\text{Ga}$  в кристалічному зразку  $\text{GaSe}$ , отриманий безперервним методом із модуляцією Зеемана

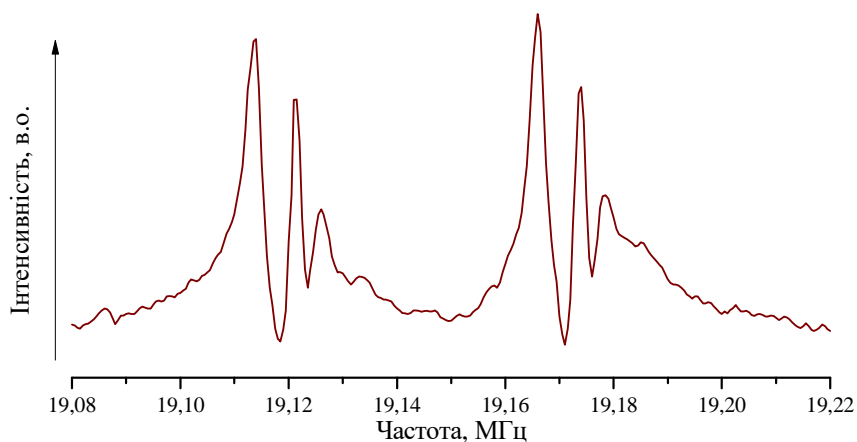


Рис. 6.3. Спектр ЯКР  $^{69}\text{Ga}$  в кристалічному зразку  $\text{GaSe}$ , отриманий після ШПФ імпульсним методом

Використання імпульсного методу ЯКР забезпечило неспотворену форму резонансних ліній і вищу роздільну здатність компонент спектру, в порівнянні з неперервним скануванням частоти і магнітною модуляцією.

Для напівпровідникової сполуки *InSe* характерні складні мультиплетні спектри ЯКР, розташовані в 4-х діапазонах з середніми частотами 10,25; 20,5; 30,75 і 41 МГц. На складність спектрів вказує форма сигналу ядерної індукції (рис. 6.4). Для порівняння вище зазначених методів була проведена реєстрація ЯКР у діапазоні з середньою частотою 20,5 МГц, яка відповідає спіновому переходу  $\pm 3/2 \leftrightarrow \pm 5/2$ . На рис. 6.5 наведено спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в *InSe*, з використанням неперервного сканування частоти з модуляцією Зеємана.

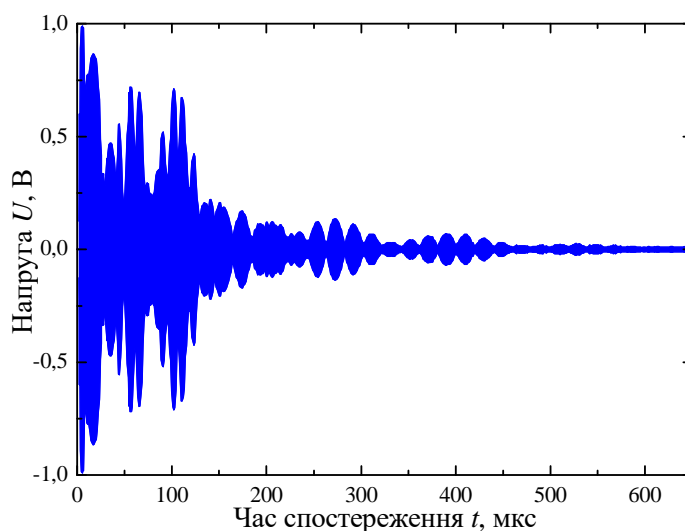


Рис. 6.4. Модуляція ВЧ несучої частоти сигналу ядерної спінової індукції в *InSe* після збудження імпульсом тривалістю  $\tau = 3$  мкс та потужністю  $P = 200$  Вт

ШПФ спаду ядерної спінової індукції в результаті дії на зразок *InSe* радіочастотного імпульсу тривалістю  $\tau = 3$  мкс, потужністю  $P = 200$  Вт і частотою заповнення  $F = 20,4$  МГц (рис. 6.6) вказує на відсутність значних спотворень форми ліній і вищу роздільну здатність у порівнянні зі спектром отриманим безперервним методом (рис. 6.5).

Спектри, що спостерігалися, є характерним для суміші політипії  $\varepsilon$ - і  $\gamma$ -модифікацій в кристалічній матриці *InSe* [198]. Зауважимо також, що час для спостереження спектру ЯКР і реалізації ШПФ становив 10 с, а для неперервного сканування частоти (рис. 6.5) знадобилося близько 30 хв.

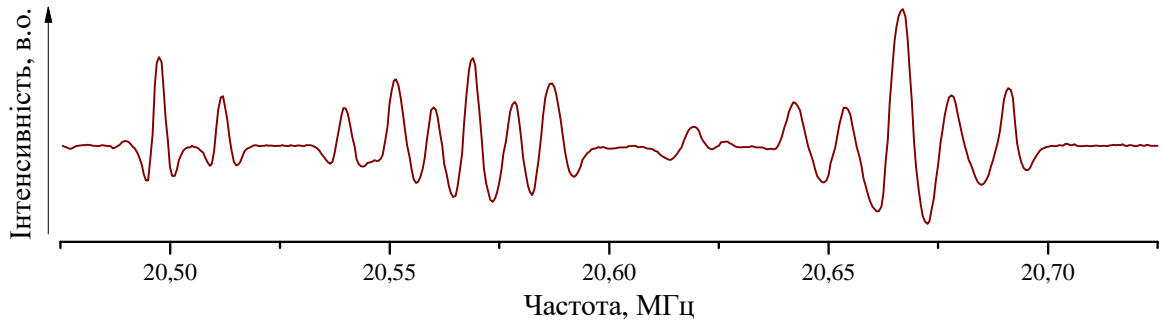


Рис. 6.5. ЯКР  $^{115}\text{In}$  в *InSe* для спінового переходу  $\pm 3/2 \leftrightarrow \pm 5/2$ .

Спектр записаний безперервним скануванням частоти.

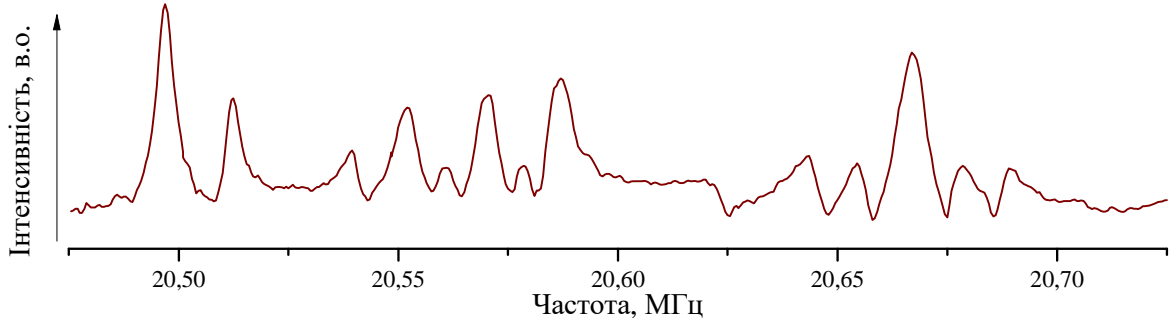


Рис. 6.6. Форма спектру ЯКР в *InSe* для спінового переходу  $\pm 3/2 \leftrightarrow \pm 5/2$ , одержаного імпульсним методом з використанням ШПФ

### 6.3. ЯКР і сенсорні властивості шаруватих напівпровідникових кристалів *GaSe* та *InSe*

Розроблення сенсорів фізичних величин на основі напівпровідникових матеріалів є актуальним напрямком мікро- та наноелектроніки. Необхідність реалізації давачів температури, тиску, вологи, магнітних та електромагнітних полів у виді багатофункціональних, компактних сенсорів зумовлена широким спектром їх застосування. Такі пристрої є основою для створення розподілених сенсорних мереж. На сучасному етапі розвитку

напівпровідникової сенсорики особливої уваги здобули шаруваті напівпровідникові матеріали як перспективний матеріал для реалізації пристроїв твердотільної електроніки.

Найбільш відомі методи вимірювання фізичних величин базуються на основі резистивних, акустичних, оптичних, п'єзоелектричних, холлівських та інших явищ [199]. Загальним недоліком більшості із них є невисока відтворюваність значень вимірюваних величин та необхідність періодичного калібрування і метрологічної повірки. Актуальною задачею напівпровідникової сенсорики є створення нових методів, які позбавлені вище вказаних недоліків. Цю задачу можна вирішити шляхом створення сенсорів на основі явища ядерного квадрупольного резонансу в ряді шаруватих напівпровідникових сполук, зокрема – моноселенідах індію та галію [200]. Поєднання чутливої апаратури реєстрації сигналів ЯКР та сенсорних властивостей кристалів *InSe* і *GaSe* надає перспективу реалізації на їх основі стабільних в часі, високоточних сенсорів, що не потребують періодичного калібрування. Крім того, вказані сполуки характеризуються стійкістю до іонізуючого випромінювання. Саме метод ЯКР тут має найбільшу перспективу, оскільки він є одним із найбільш чутливих методів дослідження внутрішньомолекулярної структури речовин та їх фізико-хімічних властивостей.

Широкий інтервал частот при зміні температури та тиску дає можливість реалізувати високу роздільну здатність вимірювальних приладів на основі ЯКР. У випадку термометра важливу роль відіграє об'єм і маса зразка, оскільки при значних об'ємах відбувається збільшення температурного градієнту зразка і розширення резонансної лінії ЯКР, що призводить до зменшення точності вимірювання температури [146, 201].

Наявність квадрупольних моментів ізотопів галію та індію в *GaSe* та *InSe* надає можливість застосувати для вивчення властивостей кристалічної структури метод ЯКР. Політипні модифікації в кристалічній структурі *GaSe* та *InSe* призводить до складних мультиплетних спектрів ЯКР ізотопів  $^{69}\text{Ga}$  та

<sup>115</sup>In. Як показали дослідження спектрів ЯКР в *GaSe* та *InSe* спостерігається температурна залежність частоти резонансу, характерна для ряду сполук [202].

Вплив температури і тиску на властивості шаруватих напівпровідникових кристалів *GaSe* і *InSe*, вивчався багатьма авторами [203-206]. Основна увага приділялась вимірюванню під тиском структурних, кінетичних і оптичних властивостей. Вимірювання проводились в широкому діапазоні тисків (до 30 ГПа). Встановлено, що в даних сполуках спостерігаються структурні перетворення: гексагональна ґратка переходить в кубічну типу *NaCl*, для *InSe* при ~10,5 ГПа, а для *GaSe* в околі 25 ГПа [204]. Здатність зберігати свої властивості і відтворюваність структури в деякій області тисків передбачає можливість застосування моноселенідів індію та галію для давачів тиску.

Спроба використати вплив тиску для поліпшення фотоелектричних параметрів гетеропереходу була проведена в роботі [207], де досліджувалась залежність fotocутливості гетерофотодіодів на основі *p-GaSe-n-InSe* від прикладеного одновісного тиску в інтервалі 0 – 70 кПа. Було встановлено, що при тиску  $P \approx 55 - 60$  кПа спостерігається зростання к.к.д. більш ніж на 3,2 %. Для практичного використання гетерофотодіодів з підвищеною fotocутливістю при постійному тиску пропонується застосувати корпусування таких структур з активною площею до 1 см<sup>2</sup>. Приклад використання моноселенідів індію, галію та їх інтеркалатів для виготовлення тензодавачів наведено в роботі [167], де досліджена чутливість зміни електричного опору в залежності від деформації шаруватого кристалу. Автори даної роботи застосували всебічне стиснення газом до 150 кГ/см<sup>2</sup>. У результаті аналізу проведених експериментів було встановлено, що в зразках шаруватих кристалів пластинчастої форми основну роль відіграє одновісний тиск, прикладений нормально до площини атомних шарів, тобто  $F \parallel c$ , де  $c$  – оптична вісь кристалу. Найбільша чутливість до деформації отримана для динамічних тисків.

Відомо, що кристалічну сполуку *GaSe* можна застосовувати в якості давача температури, принцип роботи якого ґрунтується на температурній залежності опору напівпровідникового кристалу. Температурній залежності електричних параметрів селеніду галію, присвячений ряд наукових робіт [208-210]. В роботі [208] спостерігається залежність питомого опору від температури, яка особливо сильно виражена в інтервалі 10 – 110 К. При подальшому зниженні температури зміна опору кристалу різко слабшає. В роботі [209] показано, що електропровідність неопроміненого електронами кристалу *GaSe* монотонно змінюється більш, ніж на порядок в інтервалі 100 – 500 К. Залежність електропровідності від температури може використовуватись для створення термометра опору на основі нелегованого напівпровідникового кристалу *GaSe*, що слідує також з роботи [210]. Температурні особливості кінетичних властивостей досліджувалися також і в *InSe* [211]. В обох сполуках спостерігається істотна залежність електропровідності від температури, що дозволяє їх використовувати в якості давачів температури. Однак невисока стабільність параметрів і їх невідтворюваність в часі, через особливості шаруватої структури кристалів, роблять застосування термометрів на основі моноселенідів індію та галію малоперспективним.

ЯКР-сенсор на основі шаруватих напівпровідників являє собою кристалічний зразок, розміщений в коливальному контурі спектрометра ЯКР, та систему захоплення і слідкування за частотою вибраної лінії резонансного спектру. На точність вимірюваних параметрів безпосередньо впливає як досконалість кристалічної структури зразка, так і якісні параметри приймально-передавальної апаратури. Тому значна увага приділялась шумовим та сигнальним характеристикам електронної частини ЯКР-сенсорів.

При створенні ЯКР-сенсорів температури та тиску застосовують як стаціонарну методику, так і імпульсну з швидким перетворенням Фур'є сигналів спінової індукції.

Принципи роботи запропонованого автодинного сенсора температури

описано в роботі [212], де для покращення шумових і сигнальних характеристик застосована симетрична схема спін-детектора. Таке рішення дозволило збільшити чутливість порівняно з асиметричними схемами. Зменшення маси речовини ( $Cu_2O$ ) до 0,2 г призвело до підвищення чутливості сенсора на 5 – 10 %. Застосування стаціонарної методики спостереження ЯКР має певні обмеження, пов'язані із значним часом проведення експерименту (~30 хв.). Для проведення досліджень температурних і баричних залежностей ЯКР в моноселенідах індію та галію використовувався імпульсний метод з ШПФ, що має суттєву перевагу в часі проведення експерименту.

Дослідження показали, що в  $GaSe$  спостерігається відносно сильна температурна залежність частоти згаданих квадрупольних ядер, а виміряна частота є показником температури [213]. В області температур 250 – 390 К температурна залежність частоти близька до лінійної і тільки при подальшому зниженні (до температури рідкого азоту) спостерігається помітне відхилення від такої залежності.

Для приготування робочих зразків у якості термометричної речовини в ЯКР-термометрі нелегований кристал  $GaSe$  відпалюється у вакуумі за схемою: 400 °С впродовж 4 годин, 200 °С – 6 годин; 150 °С – 10 годин. Такий відпал призводить до впорядкування структурних дефектів – політипії та стабілізує їх склад. Останнє відбивається на якості спектрів резонансних ліній ЯКР – число ліній резонансного поглинання зменшується, а роздільність спектру збільшується [196]. Спектр, отриманий імпульсним методом ЯКР з швидким Фур'є-перетворенням для відпаленого кристалу  $GaSe$ , представлений на рис. 6.7. Через наявність в кристалі політипії  $\epsilon$ - та  $\gamma$ -модифікацій спектр складається з двох груп ліній, зсунутих по шкалі частот на 52,14 кГц.

Предметом вимірювання температури є частота найбільш інтенсивної лінії з першої або другої групи (рис. 6.7). Частота резонансу при  $T = 20$  °С становить: для лінії  $a$  – 19110 кГц, для лінії  $b$  – 19162 кГц.



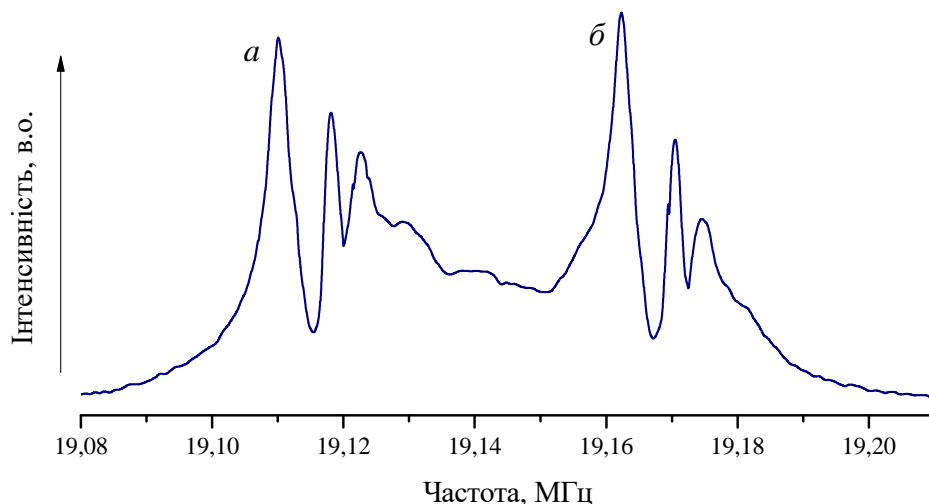


Рис. 6.7. Спектр ЯКР для ізоотопу  $^{69}\text{Ga}$  в  $\text{GaSe}$ :

інтенсивність резонансних ліній на шкалі резонансних частот

На рис. 6.8 наведена залежність частоти двох ліній спектру ( $a$  та  $b$ ) від температури, звідки видно, що в інтервалі  $250 - 400^\circ\text{K}$  вона є лінійною з крутизною перетворення  $1,54 \text{ кГц/град}$ . При подальшому зниженні температури (до температури рідкого азоту) залежність відхиляється від лінійної. Для стеження за температурою може застосовуватись або стаціонарний метод ЯКР, або імпульсний з швидким Фур'є-перетворенням спаду ядерної індукції.

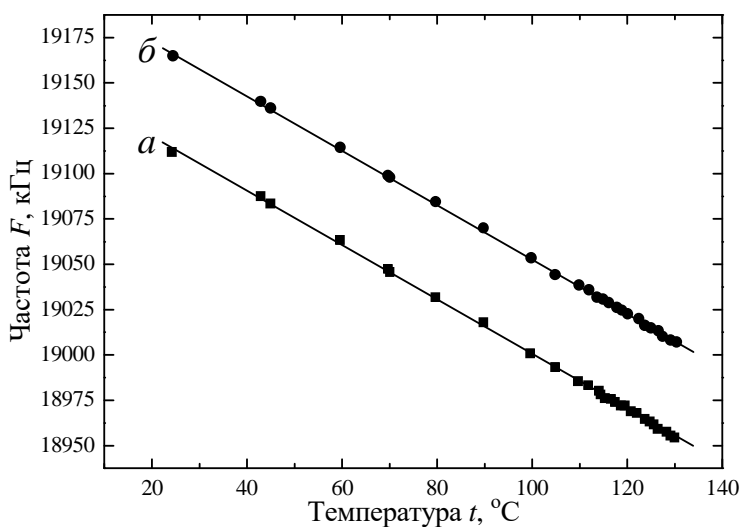


Рис. 6.8. Температурна залежність частоти ЯКР для ліній  $a$  і  $b$  спектру, зображеного на рис. 6.7

Частота ЯКР при постійному тиску навколишнього середовища залежить тільки від температури і визначається фундаментальними константами речовини. При будь-яких конфігураціях геометрії зразка-давача співвідношення «частота-температура» пов'язані однозначно і температурна шкала визначається вибором первинного еталону температури. Точність вимірювання температури залежить від ширини лінії і в наведеному прикладі становить  $\pm 0,05$  °С. Із зниженням температури точність поліпшується до  $\pm 0,025$  °С у зв'язку зі зменшенням ширини резонансних ліній. Перевірений інтервал вимірюваних температур становить 77 – 400 К.

Сполука *InSe* – перспективний напівпровідниковий матеріал для приладів твердотільної електроніки, який зберігає стабільні фізичні параметри в часі. Монокристалічні зразки для досліджень були також отримані методом Бріджмена. З метою поліпшення структурної досконалості та впорядкування політипів застосований тривалий відпал з поступовим зниженням температури відпалу. Ступінь монокристалічності та структурна досконалість зразків визначалась Х-променевою топографічними методами, а також методами ЯКР. Для напівпровідникової сполуки *InSe* характерні складні мультиплетні спектри ЯКР, розташовані в 4-х діапазонах з середніми частотами 10,25; 20,5; 30,75 і 41 МГц. На рис. 6.9 наведено спектр ЯКР ізотопу  $^{115}\text{In}$  в *InSe* після швидкого перетворення Фур'є спаду ядерної індукції. Спектр отриманий в результаті збуджуючого імпульсу тривалістю 3 мкс та потужністю 250 Вт на частоті 20,5 МГц. Температура реєстрації  $T = 20$  °С.

Температурна залежність частоти ЯКР  $^{115}\text{In}$  досліджувалась в області 0 – 100 °С (рис. 6.10). Залежність спостерігалась для двох інтенсивних ліній «а» і «б» в спектрі ЯКР. Було встановлено, що в даному інтервалі температур залежність резонансної частоти від температури є близькою до лінійної. Для *InSe* цей результат відрізняється від аналогічної залежності в інших сполуках (наприклад,  $\text{KClO}_3$ ,  $\text{NaClO}_3$ ), де вона, як правило, є нелінійною. Незмінність

структури спектрів ЯКР при варіації температури дозволяє зробити висновок про відсутність будь-яких фазових переходів в даній температурній області.

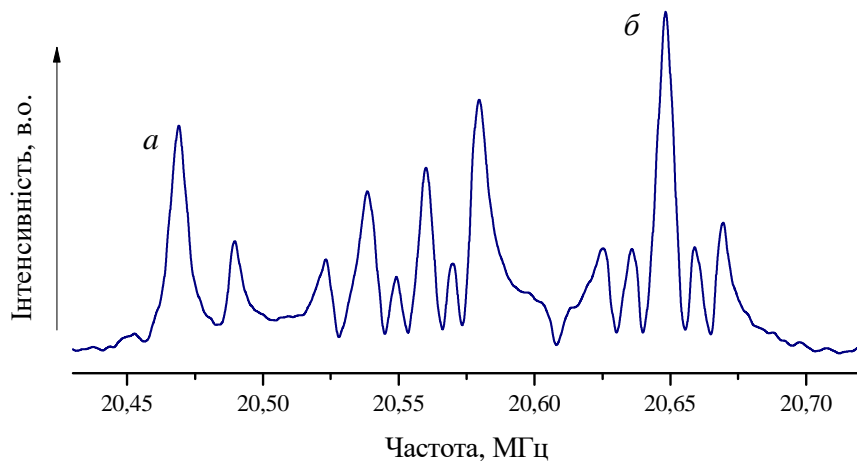


Рис. 6.9. Спектр ЯКР для ізоотопу  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  для спінового переходу на частоті 20,5 МГц

Відносно високий коефіцієнт перетворення «частота-температура» (2,35 кГц/град) також дозволяє застосувати напівпровідникову сполуку  $\text{InSe}$ , як термометричну речовину для високоточного термометра на основі ЯКР. У цьому випадку можливе створення еталонного термометра з прямим перетворенням «частота-температура» та точністю вимірювання не гіршою, ніж  $0,05\text{ }^\circ\text{C}$  [214].

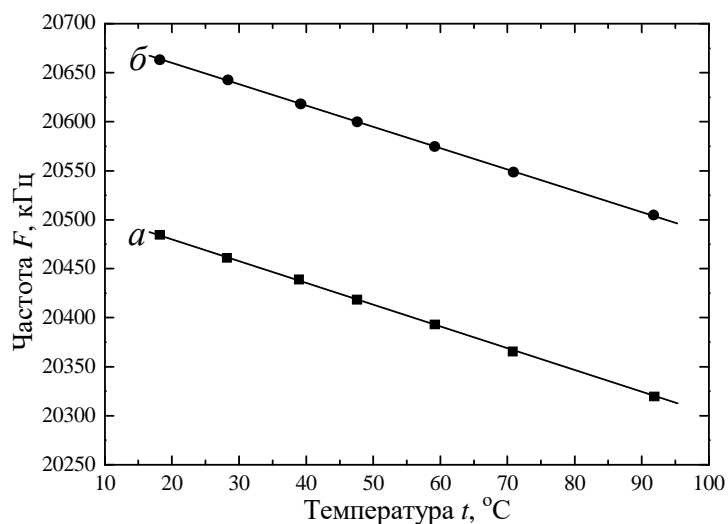


Рис. 6.10. Температурна залежність частоти ЯКР для ліній  $a$  і  $b$  спектру, зображеного на рис. 6.9

#### 6.4. Баричні залежності ЯКР в моноселенідах індію та галію

Для проведення експерименту використані монокристалічні зразки, вирощені методом Бріджмена. Зменшення дефектності кристалічної структури досягалося відпалом зразків при температурі 250 °С впродовж 12 годин.

Спостереження ЯКР проводилось імпульсним методом з ШПФ сигналів спінової індукції. Досліджено залежність спектру ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  від тиску, прикладеного вздовж оптичної вісі  $c$ . Ізотоп  $^{115}\text{In}$  має ядерний спін  $I = 9/2$  і тому для ЯКР існує 4 спінових переходи, середні частоти яких відносяться як цілі числа 1:2:3:4. Для дослідження обраний інструментально зручний третій перехід ( $\pm 5/2 \leftrightarrow \pm 7/2$ ) з частотою  $\sim 30,5$  МГц. Внаслідок наявності політипів спектри ЯКР в  $\text{InSe}$  є досить складними (рис. 6.11).

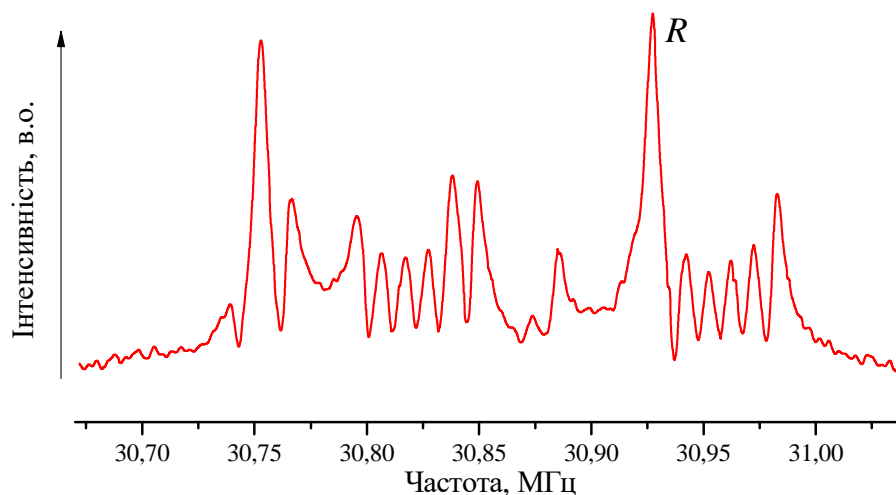
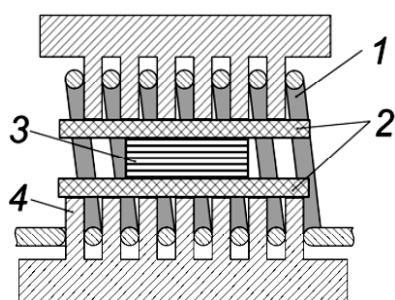


Рис. 6.11. Спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$  у вихідному кристалі при атмосферному тиску і  $T = 25$  °С. Лінія  $R$  використовується для визначення залежності інтенсивності  $S(P)$

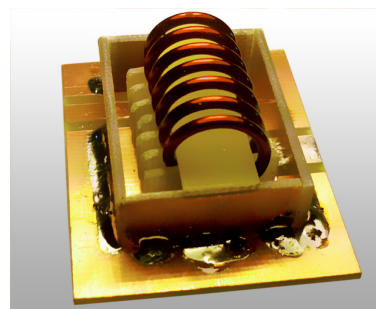
При збільшенні тиску в напрямку вісі  $c$  до 500 атм. спостерігається послаблення інтенсивності резонансного спектру  $S(P)$ . Характерним при зменшенні інтенсивності окремих ліній є незмінність форми спектру, що вказує на відсутність структурних перетворень в цьому інтервалі тисків.

Зразки виготовлялися у вигляді пакетів шаруватого кристалу з розмірами  $7 \times 8 \text{ мм}^2$  і товщиною 3 мм, який затиснутий між двома жорсткими пластинами, виготовленими з сапфіру (рис. 6.12). Для створення жорсткості та усунення прогину пластин застосовані діелектричні опори, які вписуються в геометричну конфігурацію котушки коливального контуру.

Величина тиску регулювалась каліброваним навантаженням, прикладеним до досліджуваного зразка у виготовленій високочастотній комірці. На рис. 6.13,а наведено зміну інтегральної інтенсивності спектру ЯКР від прикладеного тиску при постійній температурі  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , а на рис. 6.13,б – зміна амплітуди одиночної лінії спектру, яка в межах похибки задовільно описується лінійною залежністю.



а)



б)

Рис. 6.12. Комірка для створення тиску на зразок:

переріз пристрою (а): 1 – приймальна котушка ЯКР, 2 – пластини стиснення зразка, 3 – орієнтований пакет зразка, 4 – діелектричні опори; фотографія реальної комірки для створення тиску (б).

Встановлено, що відхилення від лінійної залежності в області  $250 - 350 \text{ кГ/см}^2$  зумовлено шумами при зниженні рівня сигнал/шум із зростанням тиску. Ефект більш помітний при обчисленні площі спектру (рис. 6.13,а) і менш відчутний у разі визначення інтенсивності одиночної лінії (рис. 6.13,б). Остання обрана з мультиплетного спектру як найбільш інтенсивна (на рис. 6.11 позначена літерою *R*). Послаблення інтенсивності резонансного сигналу можна пов'язати з утворенням безлічі дефектів і появою деформації

при збільшенні тиску на кристал, про що зазначалося в ряді робіт, наприклад в [204].

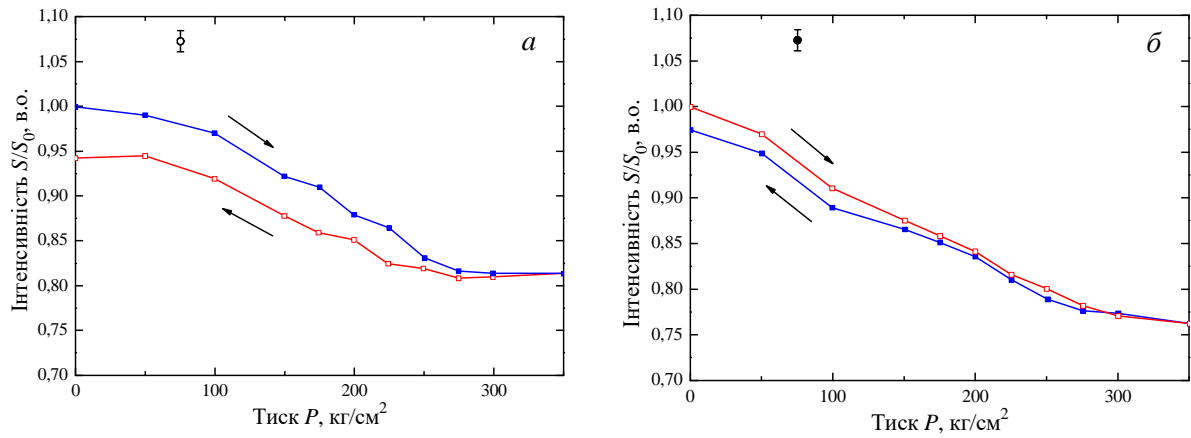


Рис. 6.13. Залежність параметрів спектра ЯКР в *InSe* від одновісного тиску: інтегральна інтенсивність резонансного спектру (а), пікова інтенсивність окремої лінії *R* в спектрі на рис. 6.11 (б).

Зміна залежності резонансу проводилася поетапно: встановлення фіксованого тиску, потім пауза на "усадку" кристалу, далі – реєстрація спектру ЯКР з цифровим усередненням шумів. Критерієм вибору тривалості паузи служило повернення спектру до вихідної інтенсивності після зняття тиску з кристалу. На більш тонкому пакеті (товщина 1,5 мм) отримані аналогічні результати, за винятком того, що час на "усадку" для зразка *InSe* виявився меншим на 30 – 50 %.

Одновісний тиск  $F \parallel c$  застосований також до шаруватого кристалу *GaSe*. Як показали попередні експериментальні дослідження, специфіка кристалічної структури *InSe* ускладнює дослідження його властивостей в умовах одновісної деформації. Перш за все, досить важко забезпечити зворотний характер прикладених тисків. Потрібно зауважити, що відповідно до тверджень, наведених в [167, 203], в шаруватих кристалах тиск  $F \parallel c$ , фактично, еквівалентний об'ємному тиску. Зі збільшенням тиску варто очікувати зміни внутрішарових атомних зв'язків, а також міжплощинних відстаней. Останнє повинно призводити до модифікації спектрів ЯКР. Однак,

незважаючи на оборотний характер ЯКР під тиском мультиплетна структура спектрів практично не змінювалася аж до  $350 \text{ кГ/см}^2$ . Це підкреслює той факт, що в заданій області тисків кристалічна структура в цілому залишається незмінною. Стабільність резонансної частоти для  $^{69}\text{Ga}$  в  $\text{GaSe}$  показує, що міжатомні відстані і кути між напрямками зв'язків помітно не змінюються. З попереднього експерименту випливає, що відносно менша пружність кристалів  $\text{InSe}$  в порівнянні з  $\text{GaSe}$  призводить до значного часу механічної релаксації кристалу після зняття тиску, тобто відновлення вихідного спектру ЯКР.

Модуль пружності  $C_{11}$  для  $\text{InSe}$  складає  $7,3 \cdot 10^{12}$  Па, а для  $\text{GaSe}$  –  $10,3 \cdot 10^{12}$  Па [203]. Така різниця узгоджується з більш швидким відновленням спектрів ЯКР у  $\text{GaSe}$  після зняття тиску в порівнянні з  $\text{InSe}$ . Форма спектрів ЯКР в  $\text{GaSe}$  є більш простою і складається з двох груп ліній (рис. 6.7), зумовлених  $\varepsilon$ - і  $\gamma$ - політипними модифікаціями [201].

Аналогічно, як і в  $\text{InSe}$ , зі збільшенням рівномірного тиску на площину шаруватого пакету кристалічного  $\text{GaSe}$  резонансний сигнал  $^{69}\text{Ga}$  монотонно послаблювався.

Проведено дослідження двох зразків при тисках до  $350 \text{ кГ/см}^2$  і  $500 \text{ кГ/см}^2$  (рис. 6.14). Зміна інтенсивності спектра у зразку із розмірами  $7 \times 8 \times 3 \text{ мм}^3$  зображена на рис. 6.14,а. Величина тиску контролювалася в процесі поступового його збільшення (крива 1). Середній час, витрачений на одне вимірювання, становив 30 – 40 хв.

Для наведеної залежності інтенсивності лінії  $\text{GaSe}$  на рис. 6.14,а, як і для  $\text{InSe}$ , спостерігається гістерезис. Очевидно, що площа петлі гістерезису пов'язана з накопиченням напруг і деформацій в кристалі. Це підтверджується інтервалом часу, необхідним для відновлення вихідного спектру після встановлення або зняття навантаження. Подальше підвищення тиску в напрямку оптичної вісі  $c$  призводить до пластичного руйнування зразка. Пластична плинність спостерігалася при тисках  $600 - 700 \text{ кГ/см}^2$ .

Можливою причиною руйнування кристалу *InSe* при одновісному стиску є дефекти структури і неоднорідність зразка.

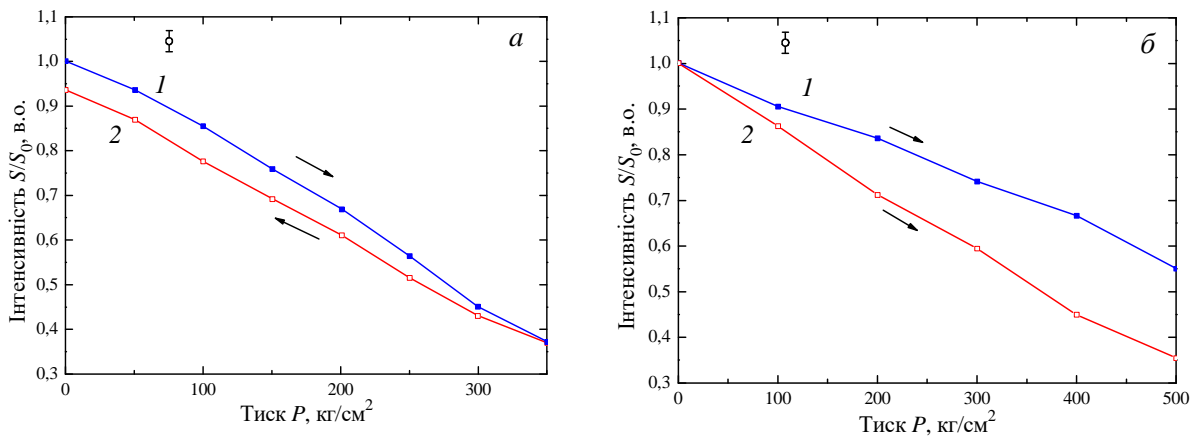


Рис. 6.14. Залежність інтенсивності сигналу ЯКР в *GaSe* при зміні одновісного тиску на пакет шаруватого кристалу: пікова інтенсивність резонансної лінії  $^{69}\text{Ga}$  при збільшенні (1) і зменшенні (2) тиску на зразок  $7 \times 8 \times 3 \text{ мм}^3$  (а); інтегральна інтенсивність (1) і пікова інтенсивність (2) лінії при підвищенні тиску для зразка  $7 \times 8 \times 1,5 \text{ мм}^3$  (б).

### 6.5. Оперативний контроль напівпровідникових кристалів *InSe* і *GaSe* методом ЯКР

Особливістю напівпровідникових сполук *InSe* та *GaSe* є сильна анізотропія хімічного зв'язку, яка призводить, фактично, до двовимірності кристалу з витікаючими звідси унікальними фізичними властивостями [110]. Для вирощування шаруватих кристалів названих сполук з розплаву найчастіше використовують метод Бріджмена, який найбільш доступний в технологічній реалізації [189]. Отримані таким чином монокристали селенідів є циліндричними злитками діаметром 12 – 16 мм і довжиною до 70 – 80 мм з конусною частиною близько 25 мм (рис. 6.15).

Нелеговані моноселеніди вирізняються низькою концентрацією носіїв ( $\leq 10^{13} - 10^{14} \text{ см}^{-3}$ ) і відносно невисокою рухливістю (для *InSe* *n*-типу  $\mu_n = 800 - 1000 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$ , а для *GaSe* *p*-типу  $\mu_p = 20 - 25 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$ ) [189]. Низька електропровідність, особливо в напрямку оптичної вісі *c*, дає можливість



ефективно використовувати високочастотну радіоспектроскопію ЯКР та ЯМР для дослідження саме монокристалічних зразків, а не порошкових матеріалів. Можливість вивчення об'ємних не деформованих зразків безконтактним способом особливо важлива для отримання відомостей про структурну досконалість кристалу, наявності дефектів і природу хімічного зв'язку. Відсутність відчутного скін-ефекту на частотах до 50 МГц забезпечує перевагу використання методу ЯКР в зразках великих розмірів, зокрема, для злитків, отриманих за технологією Бріджмена.



Рис. 6.15. Монокристалічний злиток *InSe*, вирощений методом Бріджмена

Продовгувата форма циліндричного злитка і переважна орієнтація атомних шарів вздовж напрямку росту кристалу дає можливість використовувати ВЧ поле котушки спектрометра для зонного сканування ЯКР по всій довжині вирощеного монокристалу.

Для приймальної котушки соленоїдальної форми ВЧ поле  $B_1$  направлено вздовж атомних шарів кристалу, а саме в напрямку росту кристалу, тобто вісі  $z$  (рис. 6.16).

У такому випадку спостерігається оптимальний прийом резонансних сигналів від квадрупольних ядер, незалежно від орієнтації шаруватого пакету в площині  $XU$  (рис. 6.16). Оскільки градієнт електричного поля розташований в напрямку зв'язку *In-In* (або *Ga-Ga*) [215], тоді, для вектора ВЧ поля при будь-яких кутах повороту кристалу навколо осі котушки зберігається  $B_1 \perp c$ . Остаточний сигнал квадрупольних ядер буде

обумовлений: по-перше – розорієнтацію атомних мультишарів відносно площини  $xy$ ; а по-друге – неоднорідністю потоку  $B_1$  за рахунок кінцевих розмірів соленоїда. Перше зумовлено в основному дефектами кристалу, а друге – крайовими ефектами через невизначеність у формі заповнення котушки зразком. Недоліком приймально-передавальної соленоїдальної котушки є розширення робочої зони внаслідок неоднорідного поля, яке частково виходить за краї котушки і, очевидно, відчутне саме для протяжних зразків циліндричної форми.

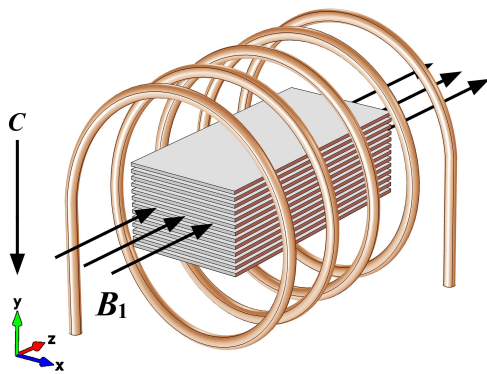


Рис. 6.16. Розташування зразка кристалічного злитку в приймально-передавальній котушці спектрометра соленоїдальної форми і орієнтація мультиатомних шарів кристалу відносно ВЧ потоку  $B_1$  та оптичної вісі  $c$

Вище вказаного недоліку позбавлена "сідлоподібна" котушка, в якій вектор ВЧ поля орієнтований нормально до напрямку росту кристалу (рис. 6.17,а) [216]. При орієнтації атомних площин у напрямку росту кристалу обертання циліндричного злитка навколо геометричній вісі симетрії призводить до двох положень:  $B_1 \perp c$  – умова максимальної інтенсивності сигналу;  $B_1 \parallel c$  – відсутність сигналу. Наявність природної ширини резонансної лінії, присутність дефектів атомної решітки, а також розорієнтація кристалічних блоків навіть при аксіальній симетрії ГЕП, в реальному випадку розташування  $B_1 \parallel c$  призводить до наявності відчутного сигналу ЯКР [215].

Дослідження орієнтаційної залежності спектрів ЯКР дозволяє визначити наявність кристалічних блоків, або встановити неоднорідність кристалічної структури вже в самому свіжовирощеному злитку.

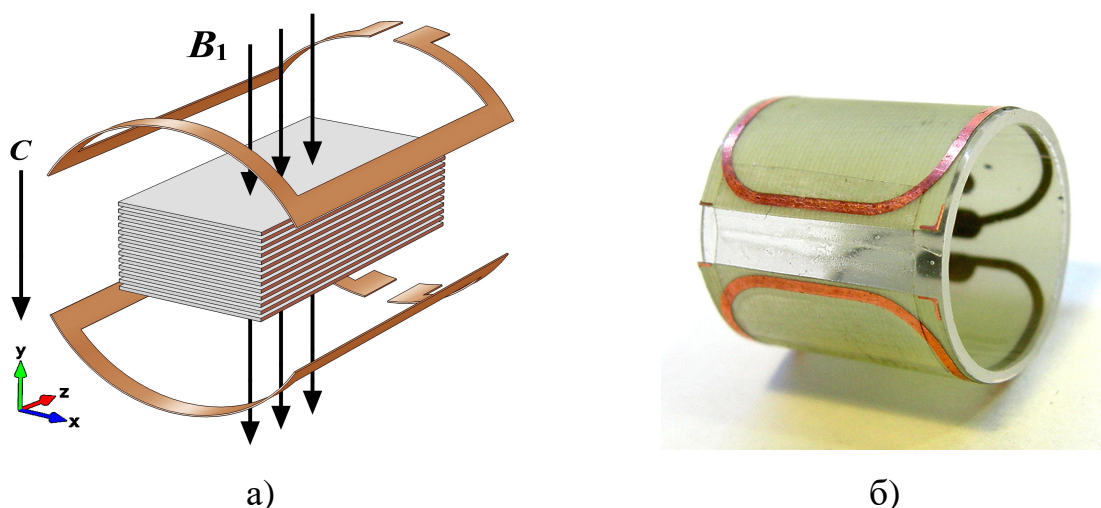


Рис. 6.17. Приймальна сідлоподібна котушка спектрометра ЯКР: розташування кристалічного блоку шаруватого кристалу відносно вісей  $c$  і  $B_1$  (а); робочий варіант котушки для діапазону частот 30 – 40 МГц (б).

За результатом такого аналізу можна прийняти рішення: або проведення наступної технологічної процедури, або вибір області злитку з метою підготовки компактних зразків для подальших досліджень.

Аналіз і оптимальні розміри сідлоподібних котушок для ЯМР (ЯКР) розглянуті в [113]. У даній роботі наводиться оцінка відношення сигнал/шум ( $S/N$ ) для котушки такого типу за формулою Хоулта:

$$S / N \approx \frac{B_1 V \sqrt{Q B_0^{3/2}}}{\sqrt{\Delta \omega}},$$

де  $B_1$  – індукція ВЧ магнітного поля, генерованого приймальною котушкою;  $V$  – збуджуваний об'єм зразка;  $Q$  – добротність РЧ-системи;  $B_0$  – індукція поляризуючого магнітного поля;  $\Delta \omega$  – смуга частот, що приймаються.

Очевидно, що для підвищення відношення сигнал/шум при всіх інших умовах, крім збільшення об'єму речовини  $V$  та ВЧ потоку  $B_1$ , необхідно покращувати добротність приймальної котушки. Використання зразків у вигляді циліндричних злитків шаруватого матеріалу прийнятне для спостереження ЯКР, оскільки об'єм котушки максимально заповнюється і коефіцієнт заповнення  $\xi \approx 0,8 - 0,9$ . При наявності контейнера (скляної

ампули) коефіцієнт  $\xi$  може становити 0,6 – 0,7. Підвищення добротності радіочастотної системи здійснюється зниженням власної ємності котушки, яка виконана з гнучкого фольгованого текстоліту (рис. 6.17,б). З метою узгодження вихідного опору коливального контуру з вхідним опором передавача від середини котушки зроблено відвід.

Зіставлення результатів, отриманих на соленоїдальній та сідлоподібній котушках, показали, що саме остання дає можливість досліджувати орієнтаційну залежність кристалу в різних зонах вирощеного злитку за інтенсивністю резонансного спектру ЯКР.

Для проведення експерименту використовувався імпульсний спектрометр ЯКР з вихідною потужністю зонduючого імпульсу  $P_i = 300$  Вт.

За допомогою сідлоподібних котушок послідовно спостерігалися спектри ЯКР  $^{115}\text{In}$  для спінового переходу  $3/2 \leftrightarrow 5/2$  в зонах монокристалічного злитка  $\text{InSe}$  провідності n-типу. Результати досліджень показують, що спектри ЯКР є складними через політипію кристалів моноселеніду індію, а для вищих спінових переходів являють собою мультиплети. Більш детально спектри ЯКР в даних матеріалах були вивчені в роботах [108, 198].

Досліджуваний кристал розташовувався у вакуумній ампулі діаметром 18 мм, виготовленій з кварцового скла. Спектри реєструвалися при переміщенні ампули з вирощеним злитком (рис. 6.18) відносно приймально-передавальної котушки з обраним кроком. Максимальна інтенсивність резонансного сигналу спостерігається при орієнтації кристалу –  $B_1 \perp c$ . Послаблення інтенсивності сигналу до мінімальних значень відбувається при обертанні кристалу навколо осі симетрії ампули на кут  $90^\circ$ , що підтверджує той факт, що в даному монокристалічному злитку моноатомні шари  $\text{In-Se-Se-In}$  розташовані вздовж напрямку росту кристалу.

Порівняння спектрів, зареєстрованих у різних зонах злитка, дозволяє визначати однорідність кристалічної структури сполуки.

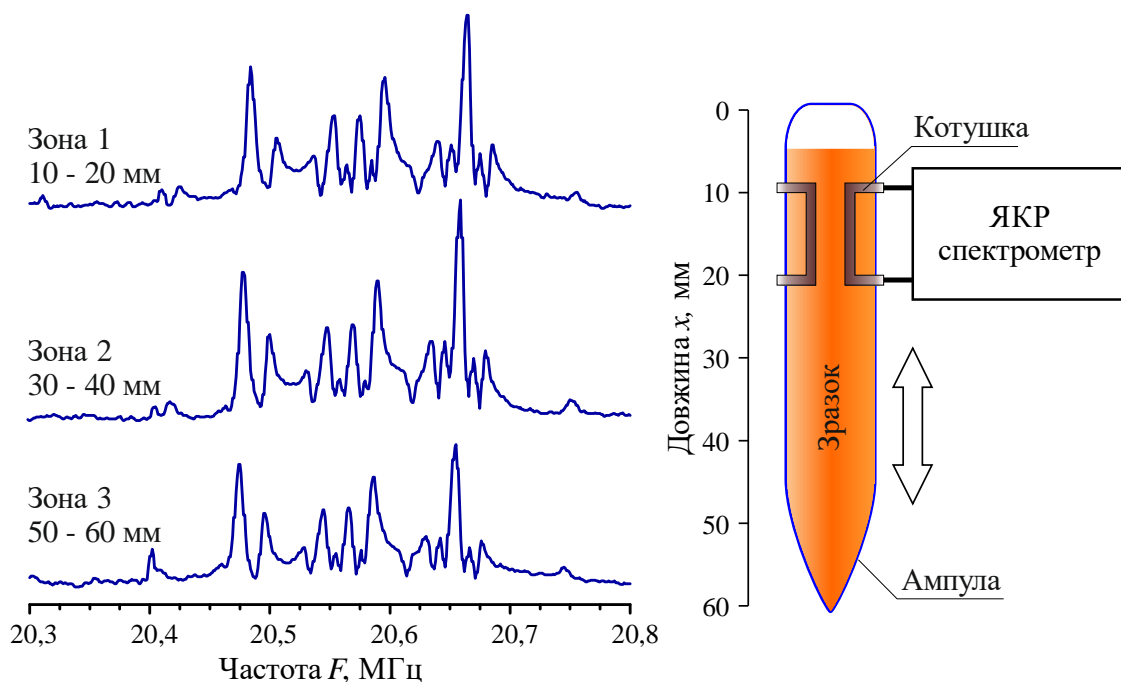


Рис. 6.18. Реєстрація спектрів ЯКР в режимі сканування монокристалічного злитку *InSe* у напрямку росту кристалу з розплаву

Мультиплетні спектри ЯКР ізотопів індію та галію в *InSe* та *GaSe*, характерні якісним кристалам, мають високу роздільну здатність в діапазоні частот 10 – 45 МГц [108, 198, 217]. Форма мультиплету резонансних ліній дуже чутлива до спотворень періодичності кристалу, наявності деформації або присутності домішки. Дефекти кристалічної структури можуть бути викликані, наприклад, порушенням технологічних режимів підготовки вихідних матеріалів, зокрема, нестабільністю температури вирощування кристалу або неправильним температурним режимом його відпалу. Перевірку спектрів ЯКР особливо корисно проводити для кристалів, які пройшли термооброблення. Критерієм якості кристалу, в першому наближенні, є ширина ліній і роздільність спектру. Подібність форми спектрів з різних зон злитку як за інтенсивністю, так і за конфігурацією мультиплету, дозволяє зробити висновок про однорідність і досконалість досліджуваної області монокристалу.

Результати детального дослідження злитка *InSe* за допомогою

сідлоподібної котушки представлені на рис. 6.19, де послідовно з кроком в 1 см в напрямку вирощування кристалу спостерігалися спектри ЯКР в різних зонах об'єму зразка.

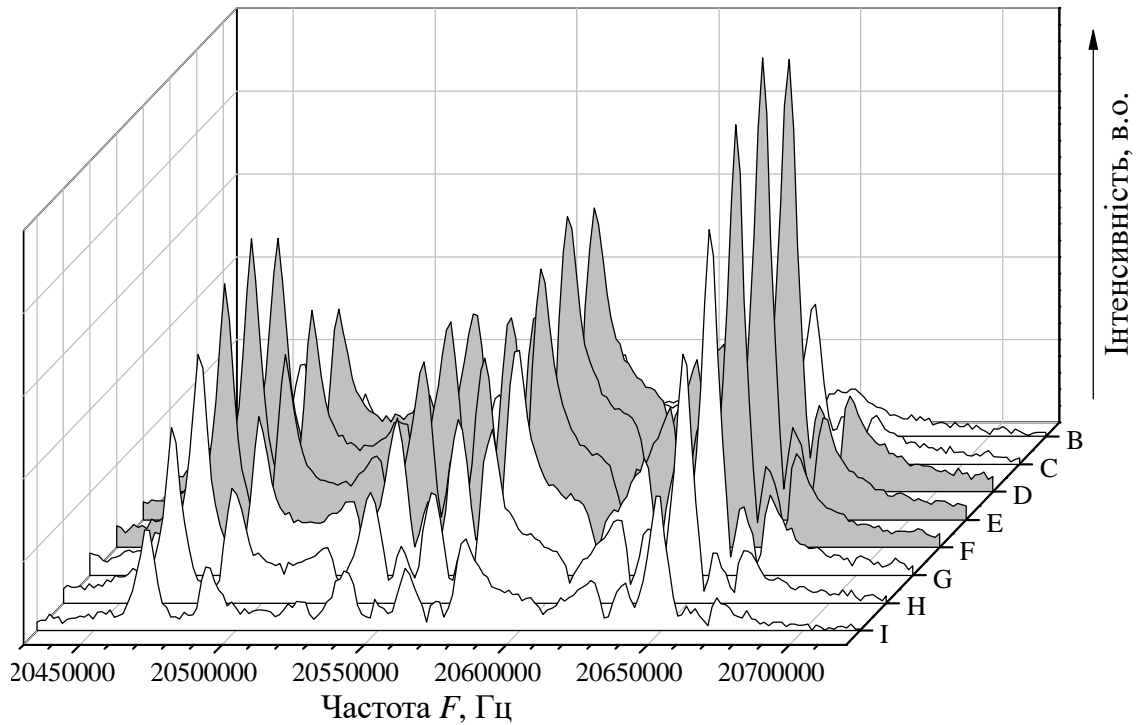


Рис. 6.19. Спектрограма ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$ , отримана переміщенням котушки вздовж злитка у напрямку росту кристалу

Отримана спектрограма (рис. 6.19) використовувалась для відбору зразків при формуванні гетероструктури методом прямого оптичного контакту [172]. Із співставлення спектрів видно, що резонансні лінії в зонах D – F повністю ідентичні, що вказує на структурну впорядкованість та однорідність досліджуваного кристалу. Помітне зниження інтенсивності ЯКР спектру в зонах G – I зумовлено зменшенням об'єму зразка в ВЧ полі котушки унаслідок конусності самого злитка. Різке зменшення інтенсивності сигналу в зонах B і C пов'язане з виділенням неконтрольованої домішки в торцевій частині злитку.

## 6.6. Орієнтаційна залежність ЯКР спектрів в *GaSe*, *InSe*

Використовуючи метод ЯКР, досліджено залежність інтенсивності спектру від орієнтації кристалографічних осей анізотропного кристалу відносно вектора магнітної компоненти високочастотного поля.

Поведінка сигналу ЯКР може бути розглянута на векторній моделі, запропонованій в роботі [6]. На рис. 6.20,а показано положення приймально-передавальної котушки спектрометра з вектором високочастотного поля  $B_1$  в системі координат, прив'язаній із зразком у вигляді орієнтованого кристалу. У даному варіанті кристал в котушці розташовується так, що головна оптична вісь  $c$  спрямована вздовж осі  $z$ . Така ситуація умовно відображена на рис. 6.20,б,в де видно розташування кристалічних і атомних шарів відносно вісі котушки. На рис. 6.20,а видно, що лінійно-поляризоване РЧ поле  $B_1$  може бути представлене як суперпозиція двох полів, які поляризовані по колу в площині  $XU$  і обертаються в протилежних напрямках.

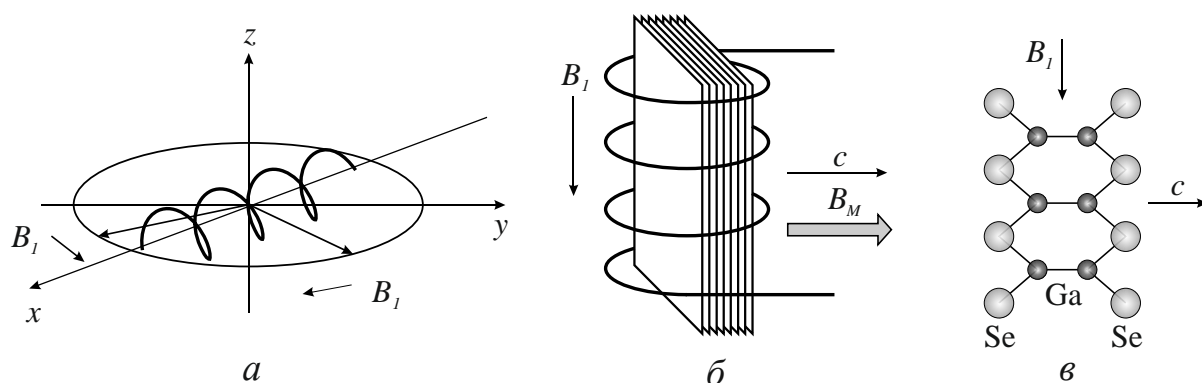


Рис. 6.20. Векторна модель ЯКР [6] і розташування шаруватого кристалу в котушці: (а) – розкладання вектора  $B_1$  на складові з круговою поляризацією; (б) – кристал в модулюючому магнітному полі  $B_M$ ; (в) – положення для атомних площин відповідно рис. 6.20,б.

На відміну від ЯМР, для ЯКР важливі обидва вектори і для даного випадку інтенсивність сигналу буде визначатися положенням кристалографічних осей і напрямом вектора ГЕП. Фактично, двовимірна

кристалічна структура сполук моноселенідів дає можливість методом ЯКР орієнтувати кристал щодо обраної системи координат і, більш того, виявляти особливості, пов'язані з порушенням симетрії кристалу, тобто дефектами структури.

Розглянемо експеримент з монокристалічним зразком  $InSe$ , розташованим відповідно рис. 6.20,б. При цьому використовується стаціонарна методика з неперервним проходженням в області ЯКР  $^{115}In$  із застосуванням зеєманівської модуляції. Вектор магнітної модуляції виділений стрілкою  $B_M$ . На рис. 6.21,а показаний спектр для конфігурації «кристал-вісь котушки» відповідно до рис. 6.20,б. Положення атомних шарів відповідає рис. 6.20,в.

При обертанні кристалу в площині  $XU$  (навколо осі  $z$ ) на  $90^\circ$  спостерігається спектр, показаний на рис. 6.21,б. У цьому положенні вектор  $B_1$  і вектор магнітного поля  $B_M$  знаходяться в площині атомних шарів.

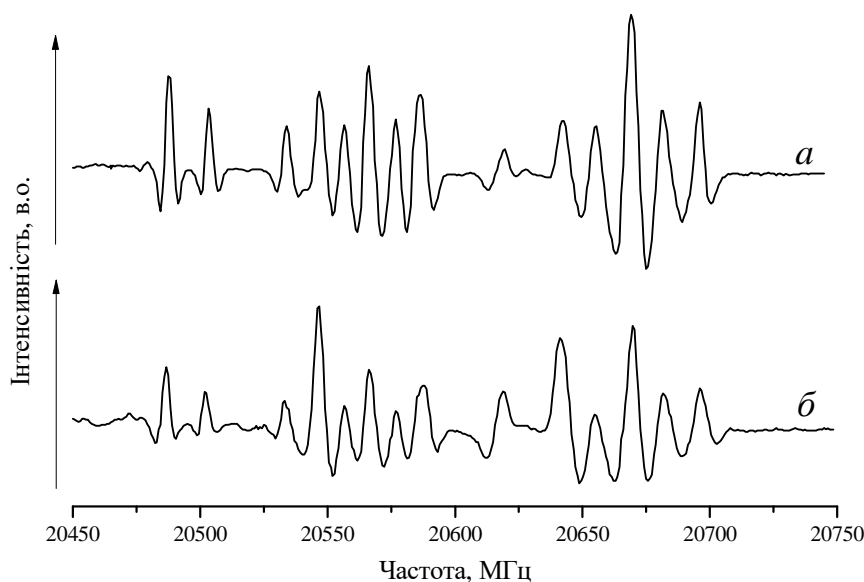


Рис. 6.21. Спектри ЯКР в  $InSe$ , зареєстровані при двох положеннях монокристалу щодо вектора магнітного поля модуляції Зеємана при незмінній орієнтації  $B_1$  щодо площини атомних шарів: (а) –  $B_M$  нормально до кристалічної площини (рис. 6.20,б,в), (б) –  $B_M$  направлено вздовж шарів.



Зауважимо, що для рис. 6.21,б мультиплетність спектру не змінилася, а помінявся тільки розподіл інтенсивності ліній. Виявилось, що із застосуванням частотної модуляції (при відсутності магнітної складової) обертання навколо осі  $z$  не змінює форми спектру. Таким чином, за допомогою магнітної компоненти можна ідентифікувати дві атомні площини шаруватого кристалу типу *InSe*.

Зміна орієнтації атомних площин кристалу відносно  $B_1$  дозволить уточнити напрям ГЕП і підтвердити його аксіальну симетрію для шаруватих кристалів *GaSe* і *InSe*. Для проведення експерименту використовується орієнтований кристал кубічної форми *GaSe* з розмірами  $0,8 \times 0,8 \times 0,8 \text{ см}^3$ , пристосований для обертання в приймальній котушці спектрометра, рис. 6.22,а. Для послаблення впливу дефектів на кристалічну структуру зразок спеціально відпалюється при поступовому зниженні температури відпалу від  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ .

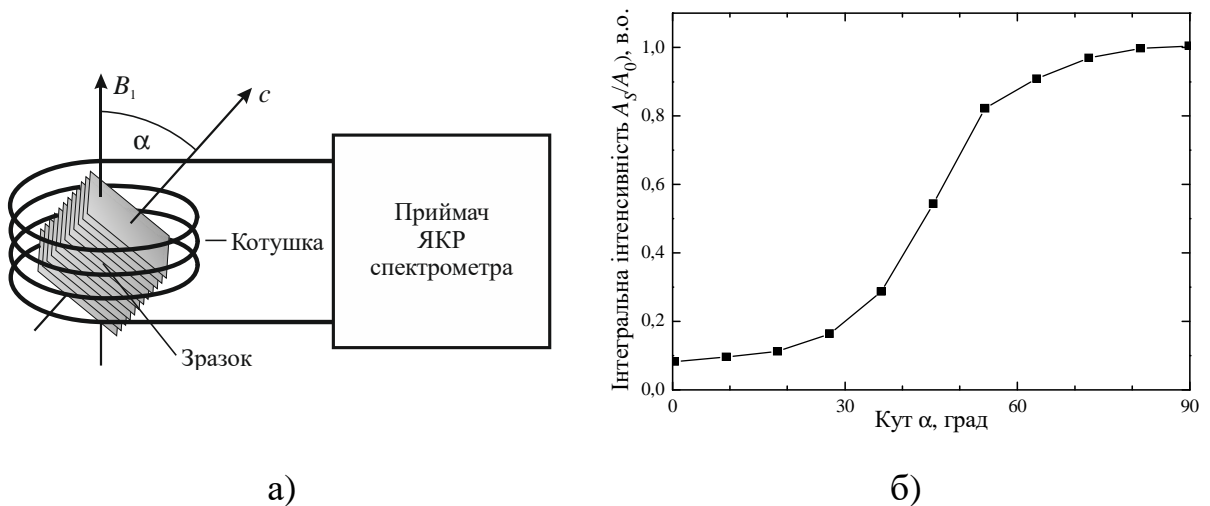


Рис. 6.22. Повертання зразка в котушці приймача (а) і графік залежності інтенсивності сигналу ЯКР в *GaSe* від кута повороту  $\alpha$  (б)

На рисунку умовно показані шари кристалу і довільне розташування зразка щодо вектора радіочастотного поля  $B_1$ . Спостереження ЯКР здійснювалось на імпульсному спектрометрі ЯКР при піковій потужності

передавача  $P_{вч} = 300$  Вт. Досліджувалася залежність інтегральної інтенсивності спектру (рис. 6.22,б) від кута  $\alpha$ , що показує відхилення осі  $c$  від вектора  $B_1$ . Знайдено, що зі збільшенням кута до  $\alpha = 90^\circ$  (РЧ поле направлене вздовж атомних площин,  $B_1 \perp c$ ) інтенсивність спектру досягає максимальних значень, але стає менше 7 % від інтенсивності  $A_0$  при  $B_1 \parallel c$  ( $\alpha = 0^\circ$ ).

Наявність залишкової інтенсивності резонансного спектру при  $B_1 \parallel c$  свідчить про присутність в монокристалі дефектів – блоків з малими кутовими границями в атомних шарах. Відпал кристалу при температурі  $550^\circ\text{C}$  супроводжується покращенням якості резонансних спектрів ЯКР. При цьому знижується залишкова інтенсивність сигналу ЯКР.

Для перевірки досконалості монокристалів *InSe* методом орієнтаційної залежності зразок розміщувався таким чином, щоб площини атомних шарів змогли повертатися у високочастотному полі котушки коливального контуру спектрометра (див. рис. 6.22). Досліджувалась залежність інтегральної інтенсивності резонансного спектру від кута між напрямком вектора  $B_1$  високочастотного поля і напрямком атомної площини (рис. 6.23, вставка).

У випадку ідеальної шаруватої структури кристалу при  $B_1 \parallel c$  резонансний сигнал відсутній, а при  $B_1 \perp c$  інтенсивність сигналу стає максимальною [6]. Для реального кристалу наявність дефектів і кристалічних блоків призводить до порушення упорядкованості атомних шарів і супроводжується появою складових компонент сигналів ЯКР в напрямку  $c$ .

Дослідження проведено для двох зразків. У відпаленому зразку (рис. 6.23 – 2) така компонента менша, ніж для вихідного зразка (крива 1), тому при  $B_1 \parallel c$  крива підходить ближче до нульових значень у порівнянні з першим зразком.

Це вказує на те, що при  $B_1 \parallel c$  компонента сигналу більша у вихідному кристалі, ніж у відпаленому. Таким чином, зміни в орієнтаційній залежності ЯКР поряд з перетворенням у спектрах можуть бути використані для дослідження досконалості монокристалів. Слід відзначити, що блоки з незначною розорієнтацією залишаються і у відпаленому зразку. Дослідження

орієнтаційної залежності ЯКР відносно магнітної складової високочастотного поля показує, що при відпалі вплив кристалічних дефектів зменшується, але їхня дія ще лишається помітною.

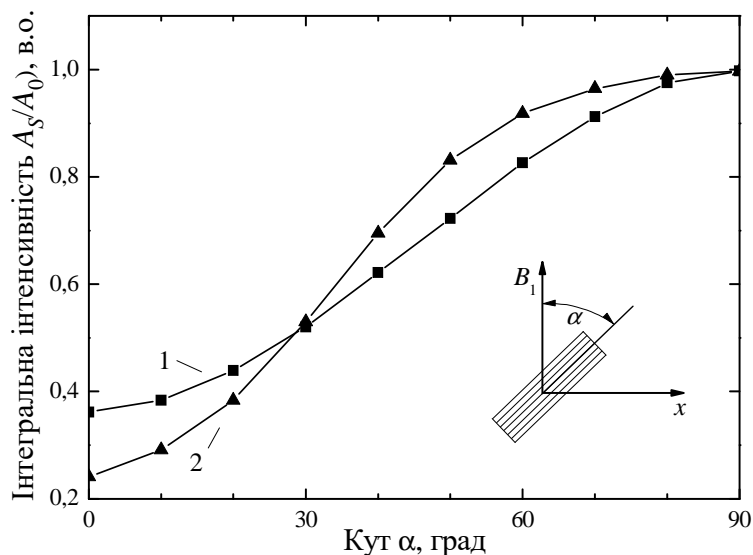


Рис. 6.23. Залежність інтегральної інтенсивності спектру ЯКР  $^{115}\text{In}$  від кута  $\alpha$  між атомною площиною (0012) і напрямком  $B_1$  (вставка): 1 – монокристал  $\text{InSe}$  до відпалу; 2 – монокристал після відпалу протягом 6 годин при  $550^\circ\text{C}$ .

Отримані результати можна пояснити особливістю досліджуваних шаруватих сполук. В роботі [189] детально описана технологія одержання шаруватих монокристалів  $\text{GaS}$ ,  $\text{GaSe}$  і  $\text{InSe}$ , а також показаний вплив різних методів вирощування на кристалічні структури. Встановлено, що значну роль у формуванні політипів відіграють дислокації. Особливу увагу в роботі приділено дослідженню дефектів упаковки методами електронної мікроскопії і рентгенівської дифракції. Саме за допомогою останніх було показано, що кристал  $\text{InSe}$  володіє дуже низькою енергією дефектів пакування. Тому слід очікувати появу політипів в цій сполуці при вирощуванні кристала у нерівноважних умовах, тобто розплавними методами.

Складний, але упорядкований характер спектрів ЯКР  $^{115}\text{In}$  в  $\text{InSe}$ , найбільш ймовірно, зумовлений наявністю особливостей структурних дефектів, які не спостерігалися іншими методами.

Проведені дослідження ЯКР в  $\text{InSe}$  підтверджують складність проблеми поліморфізму в шаруватих кристалах, яка потребує подальшого дослідження із залученням різних експериментальних методик.

### **6.7. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук $\text{GaSe}$ та $\text{InSe}$**

Інтерес до магнітометрії слабких магнітних полів викликаний не тільки особливостями магнітного поля Землі, а й існуванням природної магнітної активності живих організмів, зокрема – людини. Як сенсори магнітного поля найбільшого поширення набули давачі на основі ефекту Холла, проте в області слабких магнітних полів ( $< 10$  Гс) вони є неефективними внаслідок недостатньої чутливості за рівнем вимірювального сигналу [218, 219].

Ефект Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі виникає при накладанні на досліджуваний зразок слабого магнітного поля, яке викликає розщеплення резонансних ліній ЯКР, що є меншим за відстань між рівнями квадрупольної енергії. Зазначений ефект обумовлений тим, що за присутності магнітного поля квантова частинка зі спіновим магнітним моментом отримує додаткову енергію пропорційну останньому [6]. Додаткова енергія призводить до зняття виродження атомних станів за магнітним квантовим числом і до розщеплення резонансних ліній.

Напівпровідникові сполуки  $\text{GaSe}$  та  $\text{InSe}$  вирізняються шаруватою кристалічною структурою. Останнє призводить до сильної анізотропії їх фізичних властивостей і, як наслідок, до появи градієнта електричного поля на металевих вузлах  $\text{Ga}$  та  $\text{In}$  [189]. Наявність квадрупольних моментів й висока природна поширеність ізотопів  $^{69}\text{Ga}$  та  $^{115}\text{In}$  дозволяє спостерігати досить інтенсивні сигнали ЯКР [220, 221]. Метою даної роботи є дослідження поведінки спектрів ЯКР у напівпровідникових кристалах  $\text{GaSe}$  і

*InSe* при впливі слабкого магнітного поля.

У випадку накладання на монокристалічний зразок зовнішнього магнітного поля  $H_0$  рівні ядерної квадрупольної енергії описуються виразом [6]:

$$E_Q = \frac{eQq_{zz}}{4J(2J-1)} [3m^2 - J(J+1)] \pm \gamma \hbar m H_0 \cos \theta, \quad (6.1)$$

де  $\theta$  – кут між напрямком квадрупольної поляризації та зовнішнім магнітним полем,  $H_0$  – величина напруженості зовнішнього магнітного поля,  $J$  – ядерний спінін,  $\gamma$  – гіромагнітне відношення для ядер  $^{69}\text{Ga}$  та  $^{115}\text{In}$ .

З виразу (6.1) випливає, що магнітне поле знімає  $\pm m$  – виродження і викликає розщеплення кожного квадрупольного рівня (рис. 6.24). Величина цього симетричного розщеплення становитиме [6]

$$\Delta \nu = \pm \frac{\gamma}{4\pi} H_0 \cos \theta. \quad (6.2)$$

Для отримання чіткої залежності розщеплення від величини напруженості магнітного поля слід вибирати якісні та кристалічно досконалі монокристали з неширокими лініями ЯКР й відсутністю в них блочних включень. Для досліджень ЯКР використані монокристали вирощені за методом Бріджмена. Для послаблення впливу недосконалості кристалічної матриці на якість резонансних ліній зразки об'ємом  $1 \text{ см}^3$  відпалювали у вакуумі поетапно при температурах  $500^\circ\text{C}$ ,  $250^\circ\text{C}$  і  $150^\circ\text{C}$ , відповідно. У такому випадку спостерігаються резонансні спектри  $^{69}\text{Ga}$  і  $^{115}\text{In}$  з відносно вузькими лініями, ширина яких не перевищувала  $2,5 \text{ кГц}$ . Мультиплетність спектрів є характерною для *GaSe* і *InSe*, яка обумовлена наявністю політипів в кристалічній структурі даних сполук [189]. Градієнт електричного поля для кристалічної структури даних сполук має аксіальну симетрію, а тому лінії ЯКР не підлягають додатковому розщепленню.

Спектри ЯКР ядер  $^{69}\text{Ga}$  і  $^{115}\text{In}$  спостерігалися при кімнатній температурі в частотному діапазоні  $19,0 \div 20,7 \text{ МГц}$  з використанням імпульсного радіоспектрометра ЯКР з швидким перетворенням Фур'є

сигналів ядерної спінової індукції, при дії на досліджуваний зразок збуджуючого імпульсу довжиною 3 мкс та потужністю 250 Вт. Для створення магнітного поля використовувалися екрановані котушки Гельмгольца з калібруванням індукції магнітного поля в робочій зоні методом електронного парамагнітного резонансу [111].

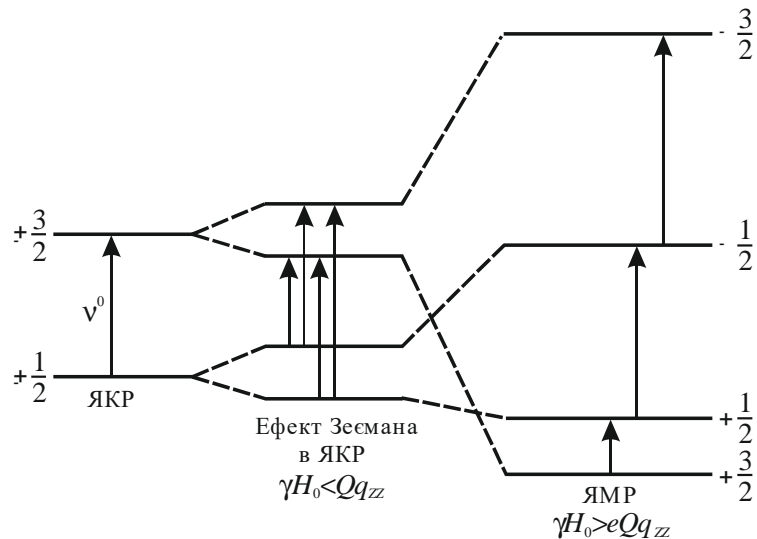


Рис. 6.24. Розщеплення рівнів енергії за рахунок квадрупольних та магнітних взаємодій

Ефект Зеемана спостерігався на всіх лініях резонансних спектрів, однак кращі результати отримані на інтенсивних лініях, для яких вплив сусідніх компонент на форму розщепленого спектру послаблений. Отримані спектри ЯКР зображені на рис. 6.25 та на рис. 6.26 для сполук *GaSe* і *InSe* відповідно. Для *GaSe* розщеплення лінії спектру при даній її ширині вже стає помітним в полі 0,4 Гс, що наближається до рівня магнітного поля Землі, а для *InSe* – при 0,5 Гс (рис. 6.26, вставка). Величина індукції магнітного поля визначалась за частотним інтервалом, на який розщеплюється окрема лінія спектру ЯКР.

Наявність в шаруватих сполуках аксіальної симетрії градієнта електричного поля в околі квадрупольних ядер забезпечує сильну орієнтаційну залежність спектрів ЯКР відносно кристалічних осей [215]. Таким чином можна оцінювати не тільки величину індукції магнітного поля, але й визначати її напрямок у просторі.

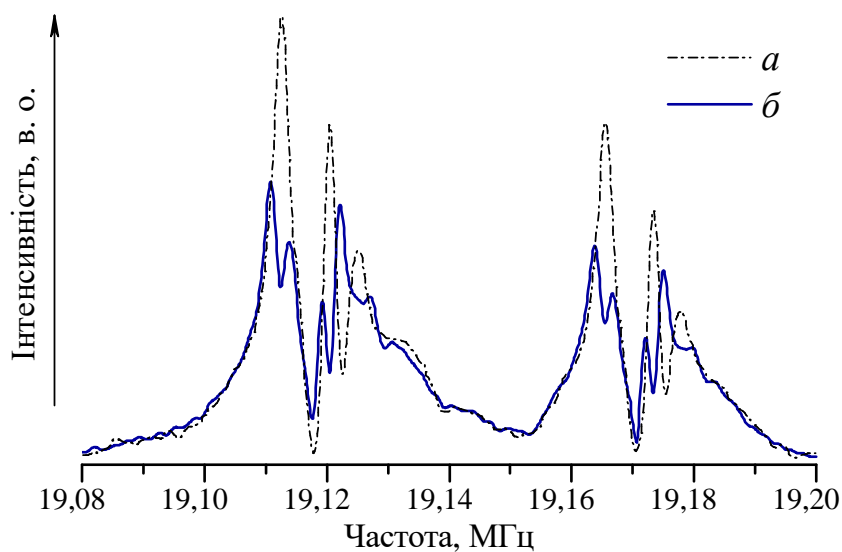


Рис. 6.25. Розщеплення ліній спектру ЯКР  $^{69}\text{Ga}$  в монокристалі  $\text{GaSe}$ , розміщеному у зовнішньому магнітному полі:  $H_0 \rightarrow 0$  (а),  $H_0 = 1,5$  Гс (б).

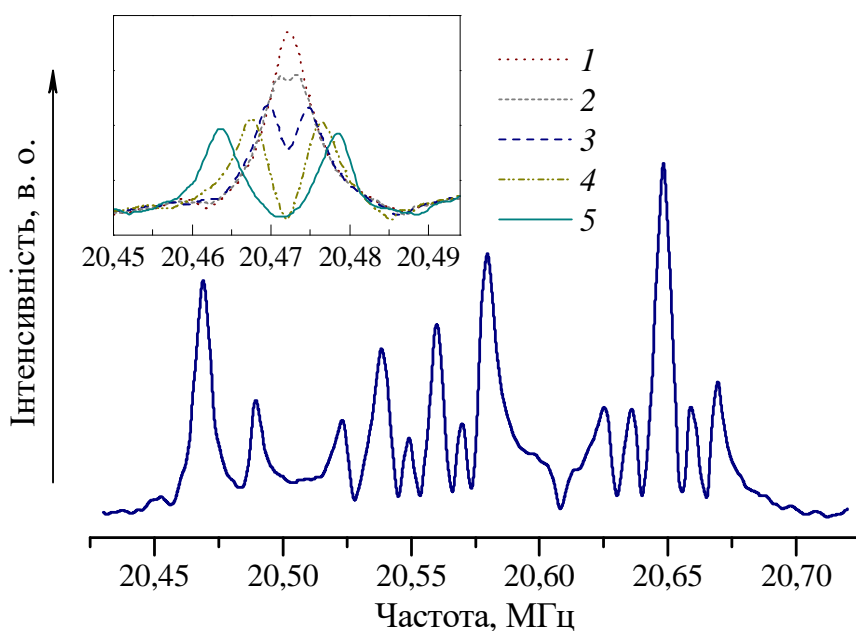


Рис. 6.26. Спектр ЯКР  $^{115}\text{In}$  в монокристалі  $\text{InSe}$  при  $H_0 \rightarrow 0$ . На вставці динаміка розщеплення окремої лінії при величині  $H_0$ : 0 Гс (1); 0,5 Гс (2); 1,5 Гс (3); 3 Гс (4); 5 Гс (5).

Амплітуда розщеплення залежить від орієнтації монокристала у магнітному полі. На рис. 6.27 у вигляді частотного інтервалу представлена

залежність розщеплення ліній спектру ЯКР  $^{69}\text{Ga}$  в  $\text{GaSe}$  від орієнтації прикладеного магнітного поля відносно оптичної вісі  $c$ . Максимальна відстань між лініями спостерігається при орієнтації магнітного поля  $H_0$  уздовж градієнта електричного поля, тобто паралельно оптичній вісі кристалу  $H_0 \parallel c$ , яка у свою чергу збігається з напрямком ковалентного зв'язку пар атомів  $\text{Ga} - \text{Ga}$  для  $\text{GaSe}$  та  $\text{In} - \text{In}$  для  $\text{InSe}$ . У цьому випадку високочастотне поле  $H_1$  направлено перпендикулярно вісі  $c$ .

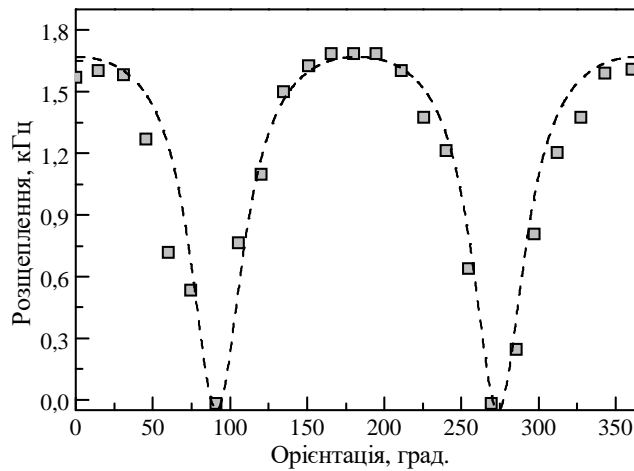


Рис. 6.27. Залежність величини розщеплення лінії ЯКР від взаємної орієнтації магнітного поля та вісі аксіальної симетрії  $c$  для  $^{69}\text{Ga}$  в  $\text{GaSe}$

На рис. 6.28 представлені залежності амплітуди розщеплення лінії ЯКР для ядер  $^{69}\text{Ga}$  і  $^{115}\text{In}$ . Особливість розщеплення ліній спектру від величини магнітного поля полягає в його лінійній залежності при значеннях магнітного поля менше 10 Гс. Для ядер  $^{115}\text{In}$  спостерігається сильніша залежність розщеплення ліній спектру ЯКР від магнітного поля порівняно із  $^{69}\text{Ga}$ , що узгоджується з величинами гіромагнітних відношень досліджуваних ядер.

В полі індукцією 1 Гс величина розщеплення складає порядку 1,54 кГц для  $\text{GaSe}$  та 5,20 кГц для  $\text{InSe}$ , відповідно. Для досліджуваних шаруватих напівпровідників точність вимірів становила  $\pm 0,05$  Гс в інтервалі величин напруженості магнітного поля  $0,05 \div 10$  Гс.

Таким чином, метод вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ЯКР монокристалів  $\text{GaSe}$  та  $\text{InSe}$  зводиться



до визначення величини частотного інтервалу розщеплення окремої резонансної лінії спектру ЯКР, а основна похибка вимірів визначається шириною даної лінії, що безпосередньо залежить від якості досліджуваних зразків [222, 223].

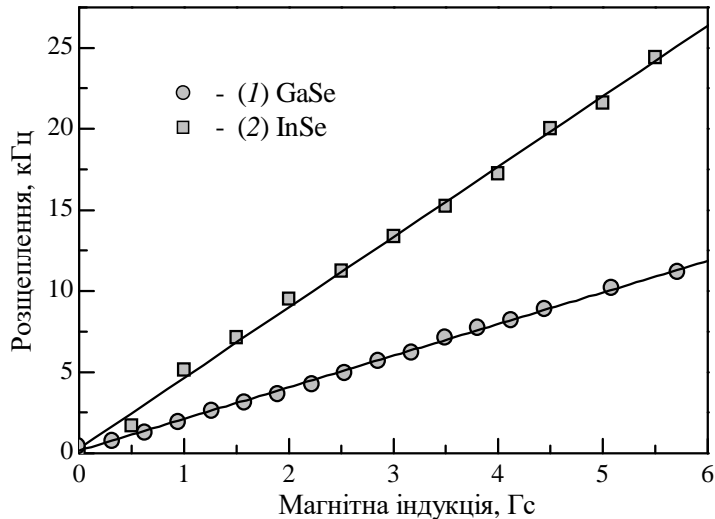


Рис. 6.28. Залежність розщеплення ліній в спектрах ЯКР від магнітного поля для ядер  $^{69}\text{Ga}$  (1) та  $^{115}\text{In}$  (2) в  $\text{GaSe}$  і  $\text{InSe}$  відповідно

Апаратна реалізація магнітометра на основі ефекту Зеемана в ЯКР може мати два варіанти. Для отримання спектру ЯКР в магнітному полі можна застосувати як стаціонарний метод спостереження, так і імпульсний з ШПФ сигналів спаду ядерної спінової індукції. Однак, останній, за рахунок малого часу реєстрації спектру ЯКР, є більш придатним для досліджень.

### Висновки до 6-го розділу

1. Для досліджень ЯКР в шаруватих напівпровідникових кристалах  $\text{InSe}$  та  $\text{GaSe}$  розроблено експериментальну установку з ШПФ сигналів спінової індукції на основі багатфункціонального програмно керованого цифрового обчислювального ядра.

2. Показано, що напівпровідникові сполуки  $\text{GaSe}$  і  $\text{InSe}$  можна

застосувати в якості термометричних речовин із застосуванням ядерного квадрупольного резонансу. Відмінність від аналогів застосування інших речовин полягає в лінійній залежності частоти резонансу від температури в інтервалі температур 250 – 390 °С з крутизною перетворення 1,54 кГц/град для *GaSe* і 2,35 кГц/град для *InSe*. Це дає можливість застосувати безпосередньо цифровий відлік температури без складних інтерполяційних формул. Стабільність і відтворюваність показань гарантуються незмінністю структури *GaSe*, приготованого за спеціальною технологічною схемою відпалу кристалу вирощеного методом Бріджмена.

3. Вперше досліджено вплив одновісного тиску на спектри ЯКР в шаруватих кристалах *InSe* та *GaSe* до значень 500 кг/см<sup>2</sup>. Прикладений тиск направлений вздовж кристалічної вісі *c*. У процесі збільшення тиску на поверхню шаруватого кристалу, як інтегральна інтенсивність спектру, так і пікова інтенсивність окремих ліній зменшується. Ослаблення резонансного сигналу однозначно пов'язане з підвищенням тиску. З ростом тиску характерна структура резонансного спектру і частота ЯКР помітно не змінюються, що свідчить про відсутність фазових перетворень в кристалах.

4. При вимірюванні залежності інтенсивності ЯКР від тиску в напівпровідникових сполуках *InSe* і *GaSe* спостерігається гістерезис, пов'язаний з напругою і деформаціями в шаруватому кристалі. Застосування шаруватих сполук *InSe* і *GaSe* для вимірювань одновісного тиску за допомогою ЯКР можливо при тисках до 50 – 100 кг/см<sup>2</sup>, де прояв гістерезису не суттєвий.

5. Низька провідність моноселенідів індію і галію дозволяє проводити дослідження ЯКР у великих об'ємах напівпровідникового кристалу. Наявність в атомних ядрах великих квадрупольних моментів і сильної анізотропії хімічного зв'язку цих сполук дає можливість ефективно контролювати якість монокристалічного злитка, отриманого безпосередньо після вирощування методом Бріджмена. Найкращі результати при дослідженні об'ємних матеріалів методом ЯКР виходять із застосуванням

приймально-передавальної котушки сідлоподібного типу. Крім того, можна проводити контроль вирощеного монокристалу, не виймаючи його з вакуумованого контейнеру циліндричної форми.

б. З результатів експерименту видно, що ефект Зеемана в ЯКР ядер галію та індію в сильно анізотропних кристалах *GaSe* і *InSe* може бути використаний не тільки для оцінки величини індукції магнітного поля, але й для визначення його просторової орієнтації: Встановлено, що для *GaSe* розщеплення лінії спектру при даній її ширині вже стає помітним в полі 0,4 Гс, що наближається до рівня магнітного поля Землі, а для *InSe* – при 0,5 Гс; Максимальний інтервал розщеплення спостерігається при орієнтації магнітного поля  $H_0$  паралельно оптичній вісі кристалу  $H_0 \parallel c$ .

## ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі представлено розв'язання науково-прикладної проблеми покращення сигнальних характеристик (чутливості, точності, ширини реєстрованого спектру) із одночасним збереженням енергетичних характеристик (інтенсивності радіочастотного випромінювання) радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії ЯКР шляхом синтезу їх структурних, конфігураційних та принципів електричних схем.

Основні результати роботи можливо сформулювати так:

1. На основі проведеного аналізу існуючих експериментальних методів спостереження ЯКР в діапазоні частот  $\sim 2 - 1000$  МГц можна зробити висновок, що розроблення нових методів прямого імпульсного детектування з чутливістю близькою до чутливості подвійного резонансу викликає значний інтерес науковців. Це обумовлено тим, що відсутність котушок магнітної модуляції та застосування сучасної компонентної бази забезпечить зниження вартості та масо-габаритних показників обладнання і уможливить його ефективне впровадження в різні галузі науки та народного господарства України.

2. Запропоновано імітаційну модель однокотушкового когерентного Фур'є спектрометра ЯКР та досліджено головні етапи інформаційних перетворень сигналу СВІ. Розвинуто концепцію побудови тракту передавання портативного імпульсного ЯКР спектрометра та проведено імітаційне моделювання його роботи. Встановлено, що при малій тривалості шумового імпульсу зондування ( $\sim 1$  мкс) в приймальному каналі з шириною смуги пропускання 1 МГц спостерігається залежність притаманна  $\delta$ -подібним радіочастотним імпульсам, а при збільшенні тривалості до 100 мкс – ширина смуги зростає до значень 600 – 700 кГц. Її подальше зростання обмежене смугою пропускання приймального каналу.

3. Запропоновано рознесення частоти синхронного детектора і частоти заповнення імпульсу збудження шляхом застосування в Фур'є-спектрометрі ЯКР роздільних прямих цифрових синтезаторів частоти. Це забезпечує коректне

відтворення форми спектрів ЯКР, а також унеможливило вплив на приймальний тракт спектрометра паразитної завади, частота якої дорівнює частоті імпульсу зондування. Синхронізація початкової фази імпульсу зондування із початковою фазою опорної частоти синхронного детектора забезпечила рівномірне збудження спінової індукції при реєстрації резонансних спектрів з шириною смуги до 0,5 МГц в діапазоні частот ЯКР 10 – 50 МГц.

4. Розроблено структуру та MATLAB Simulink модель цифрового квадратурного приймача сигналів ЯКР. Проведено синтез компенсаційних фільтрів та комп'ютерне моделювання сигнальних перетворень в приймальному тракті радіоспектрометра. Встановлено, що застосування прямого оцифрування сигналу СВІ дозволяє істотно скоротити кількість каскадів аналогової частини приймача, а отже – зменшити рівень шумів та позасмугових спектральних складових.

5. Представлено метод і алгоритм експрес-ідентифікації спектрів ЯКР, що полягають у збудженні резонансу короткими імпульсами з шумовим заповненням та цифровому обробленні отриманих даних. У результаті статистичного кореляційного аналізу на прикладі моноселеніду індію встановлено, що при застосуванні цифрового накопичення і усереднення даних сигналу СВІ, взаємна кореляція між  $N-1$ -ю та  $N$ -ю ітераціями зростає. Коефіцієнт кореляції Пірсона досягає значень 0,8 – 0,92, що вказує на коректну ідентифікацію резонансного сигналу.

6. Досліджено топологію напруженості високочастотного поля в робочій зоні приймально-передавальної котушки сідлоподібної форми для спектрометра ЯКР. З метою визначення топології магнітного поля створено модель фізичної конструкції сідлоподібної котушки у середовищі COMSOL Multiphysics. За результатами проведених розрахунків та отриманих карт полів визначено мінімально можливі відносні значення об'єму робочої зони котушки (28,12 % від її повного об'єму). Рекомендований розмір досліджуваних зразків становить  $12 \times 18 \times 10 \text{ мм}^3$ .

7. Проведено параметричне оцінювання ефективності алгоритмів генерування цифрових періодичних сигналів на основі вбудованих апаратних систем. Встановлено, що при зміні розмірності таблиці перекодування від  $2^5$  до  $2^{26}$  рівень спектральних складових вищих порядків зменшується. При дробових значеннях приросту фази та прямій дискретизації КНС змінюється в інтервалі  $2 \times 10^{-2} - 5 \times 10^{-8}$ , а при застосуванні лінійної інтерполяції цей інтервал становить  $2 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-8}$ . Застосування інтерполяції значень функції  $\sin$ , представлені дискретними відліками на часовому інтервалі  $0 - 2\pi$  забезпечило зменшення об'єму ПЗП з 768 Мбіт до 192 кбіт при значеннях КНС, що не перевищують 5 %.

8. Для проведення досліджень із застосуванням радіоспектроскопічних та релаксаційних методик в ЯКР запропоновано формувач імпульсних послідовностей, відмінною особливістю якого є його реалізація із застосуванням багатофункціонального програмно керованого синтезатора частоти із можливістю швидкісної амплітудної та фазової маніпуляцій. Формувач забезпечує фазову прив'язку високочастотного заповнення відео імпульсів до їх фронтів. Розроблено синтезатор частот на основі програмованої логікової інтегральної схеми з використанням методу прямого цифрового синтезу сигналів. Діапазон робочих частот становить 1 – 50 МГц а мінімальна тривалість формованого радіоімпульсу – 100 нс.

9. Розроблено цифрову систему керування імпульсним Фур'є радіоспектрометром ЯКР лабораторного типу, головні функціонально-алгоритмічні методи якої реалізовані в програмованій логіковій інтегральній схемі. Створені засобами синтаксису моделювання динамічних режимів логікових структур на основі автомату кінцевих станів та функціональних модулів алгоритм запропонованої програми та конфігураційна структура ПЛІС передбачають налаштування усіх необхідних режимів роботи ЯКР спектрометра та здійснення оперативного контролю за проведенням радіофізичного експерименту.

10. Для імпульсного спектрометра ядерного квадрупольного резонансу з робочим діапазоном частот 1 – 50 МГц запропоновано широкосмуговий

підсилювач із середньою вихідною потужністю 400 – 500 Вт. Підсилювач, що складається з трьох каскадів із загальним коефіцієнтом підсилення 58 дБ в області середніх частот і забезпечує низький рівень спотворень підсилюваного сигналу є окремим модулем імпульсного радіоспектрометра. Крім цього, підсилювач забезпечує режим імпульсного зміщення активних елементів проміжного і вихідного каскадів, внаслідок чого розсіювана потужність зменшується на 45,8 – 98,39 % для радіоімпульсів шпаруватістю  $10 \leq S \leq 1000$ .

11. Запропоновано апаратно-програмну реалізацію компактної системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР, апаратні рішення якої базуються на основі мультипротокового USB–245FIFO перетворювача і забезпечують передавання даних зі швидкістю до 480 Мб/с. Синтезовано віртуальний інструмент LabVIEW для візуалізації та оброблення сигналів СВІ на базі засобів графічного об'єктно-орієнтованого програмування. Показником високої інформативності розробленої системи є візуалізація складних мультиплетних спектрів ЯКР з шириною смуги до 7,5 МГц та роздільною здатністю за частотою  $\approx 200$  Гц.

12. Проведено експериментальні випробування, реалізованого на основі багатofункціонального програмно-керованого цифрового обчислювального ядра, когерентного лабораторного радіоспектрометра шляхом імпульсного спостереження ядерного квадрупольного резонансу в малих об'ємах шаруватих напівпровідникових кристалів *GaSe* та *InSe* з метою дослідження їх якості та вивчення сенсорних властивостей.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Вилков П.В. Физические методы исследования в химии. Резонансные и электрооптические методы / П.В. Вилков, Ю.А. Пентин. – М.: Высшая школа, 1989. – 288 с.
2. Леше А. Ядерная индукция / Леше А. – М.: ИЛ, 1963. – 684 с.
3. Власова М.В. Электронный парамагнитный резонанс в механически разрушенных твердых телах / М.В. Власова, Н.Г. Каказей. – К.: Наукова Думка, 1979. – 200 с.
4. Гречишкин В.С. Ядерный квадрупольный резонанс / В.С. Гречишкин // УФН. – 1959. – Т. 14, № 2. – С. 189–216.
5. Скрипов Ф.И. Курс лекций по радиоспектроскопии / Скрипов Ф.И. – Л.: Изд-во ЛГУ, 1964. – 212 с.
6. Гречишкин В.С. Ядерные квадрупольные взаимодействия в твердых телах / Гречишкин В.С. – М.: Наука, 1973. – 263 с.
7. Декабрун Л.Д. Автодинные датчики сигналов ядерного магнитного резонанса / Л.Д. Декабрун, Ю.Н. Кильянов, А.В. Мкртчян // Изв. АН Арм. ССР, сер. Физика. – 1965. – Т. 18, № 3. – С. 134–142.
8. Ван дер Зил А. Шум (источники, описание, измерение) / Ван дер Зил А. ; [пер. с англ. под ред. А. К. Нарышкина]. – М.: Сов. радио, 1973. – 228 с.
9. Патент № 48993 UA, МПК(2009) G01N 24/00. Спосіб підвищення величини монохроматичності спектра високочастотних коливань автодинного детектора / Браїловський В.В., Іванчук М.М., Малик І.В., Саміла А.П. Заявник Чернівецький національний університет імені Юрія Федьковича – № u 2009 11235, заявл. 05.11.09; опубл. 12.04.10, Бюл. № 7.
10. Robinson F. N. H. Nuclear resonance absorption circuit / F. N. H. Robinson, D. Phil // J. Sci. Instrum. – 1959. – Vol. 36, No. 12. – P. 481–488.
11. Салливен Н. Применение полевых транзисторов в ЯМР- и ЯКР-



спектрометрах / Н. Салливен // Приборы для научных исследований. – 1973. – № 3. – С. 56–59.

12. Matsumura Zenjiro. An improved insertion-type liquid-helium Dewar for X-band ESR spectroscopy / Zenjiro Matsumura, Makoto Chikira, Shozo Kubota and Taro Isobe // Rev. Sci. Instrum. – 1974. – Vol. 45, No 4. – P. 596–597.

13. Razavi B. Design of Analog CMOS Integrated Circuits / Razavi B. – McGraw: Hill Higher Education, 2001. – 676 p.

14. Adler Michael S. Sensitivity of Marginal Oscillator Spectrometers / Michael S. Adler, Stephen D. Senturia, and C. Robert Hewes // Review of Scientific Instruments. – 1971. – Vol. 42, No 5. – P. 704–712.

15. Свечников Г.М. Твердотельные электронные приборы / Свечников Г.М. – СПб.: СЗПИ, 1994.

16. Перельман В.Л. Транзисторы для аппаратуры широкого применения: справочник / Перельман В.Л. ; под ред. В.Л. Перельмана. – М.: Радио и связь, 1991. – 656 с.

17. Дулин В.Н. Электронные приборы / Дулин В.Н., Аваев Н.А., Демин В.П. и др. ; под ред. Г.Г. Шишкина. – М.: Энергоатмиздат, 1989. – 496 с.

18. Беляков А.В. Дистанционный датчик ядерного квадрупольного резонанса  $^{14}\text{N}$  / А.В. Беляков, Г.В. Мозжухин, Т.Н. Рудаков // ПТЭ. – 1993. – № 1. – С. 157–158.

19. Weissman M.B.  $1/F$  noise and other slow, nonexponential kinetics in condensed matter / M.B. Weissman // Rev. Mod. Phys. – 1988. – Vol. 60, No 2. – P. 537.

20. Коган Ш.М. Низкочастотный токовый шум со спектром типа  $1/f$  в твердых телах / Ш.М. Коган // УФН. – 1985. – Т. 145, № 2. – С. 285.

21. Мицкунас С. О чувствительности автодинных датчиков сигнала ядерного магнитного резонанса / С. Мицкунас, В. Лесаускис // Электрические машины. – 1968. – С. 107–119.

22. Datasheet of BF245A; BF245B; BF245C N-channel silicon field-effect

transistors [Електронний ресурс] – Режим доступу до ресурсу:  
[http://www.nxp.com/documents/data\\_sheet/BF245A-B-C.pdf](http://www.nxp.com/documents/data_sheet/BF245A-B-C.pdf).

23. Hung K.K. A Physics-Based MOSFET Noise Model for Circuit / K.K. Hung, P.K. Ko, C. Hu, Y.C. Cheng // IEEE Transactions on Electron Devices. – 1990. – Vol. 37, No 5. – P. 1323–1333.

24. Galup-Montoro C. A compact model for flicker noise in MOS transistors for analog circuit design / C. Galup-Montoro, M.C. Schneider, H. Klimach, A. Arnaud // IEEE Transactions on Electron Devices. – 2003. – Vol. 50, No 8. – P. 1815–1818.

25. Политанский Л.Ф. Анализ шумовых характеристик автодинного спин-детектора / Л.Ф. Политанский, А.П. Самила, В.А. Хандожко // Вісник Національного Технічного Університету «ХПІ». – 2012. – № 68(974). – С. 104–110.

26. Браиловський В.В. Датчик сигналів ядерного квадрупольного резонанса / В.В. Браиловський, А.П. Самила, О.Г. Хандожко // Прибори и техника эксперимента. – 2010. – № 2. – С. 177.

27. Клейн. Применение метода непрерывного усреднения для улучшения отношения сигнал/шум в спектроскопии магнитного резонанса. / Клейн, Бартон мл. // Приб. для научн. исслед. – 1963. – № 7. – С.27–32.

28. Исаев-Иванов В.В. Безмодуляционный метод регистрации сигналов ЭПР. / В.В. Исаев-Иванов, В.В. Лавров, В.Н. Фомичев // ДАН СССР. – 1976. – Т. 229, № 1. – С. 70–72.

29. Саміла А.П. Покращення шумових та сигнальних характеристик автодинного спектрометра ядерного квадрупольного резонансу : дис. канд. техн. наук : 05.12.13 / Саміла А.П. – Львів, 2011. – 142 с.

30. Фаррар Т. Импульсная и фурье-спектроскопия ЯМР / Т. Фаррар, Э. Беккер. – М.: Мир, 1973. – 164 с.

31. Bloom M. Free Magnetic Induction in Nuclear Quadrupole Resonance / M. Bloom, E.L. Hahn and V. Herzog // Phys. Rev. – 1955. – Vol. 97, № 6. – P. 1699–1709.

32. Розоринов Г.Н. ЯКР-спектрометр для виртуального проектування

технических средств распознавания вида вещества и защиты объектов от его несанкционированного воздействия / Г.Н. Розоринов, Н.И. Чичикало, Е.Ю. Ларина, В.Ю. Ларин // Телекоммуникаційні та інформаційні технології. – 2016. – № 4(53). – С. 64–72.

33. Harding J.C. A Pulsed NQR-FFT Spectrometer for Nitrogen-14 / J.C. Harding, D.A. Wade, R.A. Marino, E.G. Sauer, S.M. Klainer // Journal of Magnetic Resonance. – 1979. – Vol. 36. – P. 21–33.

34. Ядерный магнитный резонанс / Под ред. П.М. Бородина. – Л.: Из-во Ленинградского ун-та, 1982. – 344 с.

35. Хандожко В.О. Порівняння результатів детектування ЯКР методами неперервного та імпульсного спостереження / В.О. Хандожко, Л.Ф. Політанський, А.П. Саміла // Вісник національного університету «Львівська політехніка». «Радіоелектроніка та телекомунікації». – 2013. – Вип. 766. – С. 35-40.

36. Эрнст Р. ЯМР в одном и двух измерениях / Эрнст Р., Боденхаузен Дж., Вокаун А. – М.: Мир, 1990. – 711 с.

37. Constantin Job. A personal computer-based nuclear magnetic resonance spectrometer / Job Constantin, Robert M. Pearson, Michael F. Brown // Rev. Sci. Instrum. – November, 1994. – Vol. 65(11). – P. 3354–3362.

38. Rudakov T.N. A low-frequency instrument for remote nuclear quadrupole resonance experiments / T.N. Rudakov, A.V. Belyakov and V.T. Mikhaltsevich // Meas. Sci. Technol. – 1997. – Vol. 8. – P. 444–448.

39. Schiano J.L. A Pulsed Spectrometer Designed for Feedback NQR / J.L. Schiano and M.D. Ginsberg, Z. Naturforsch // Presented at the XV<sup>th</sup> International Symposium on Nuclear Quadrupole Interactions. – Leipzig, Germany. – July 25 – 30. – 1999.

40. Magnuson Erik E. System and method for contraband detection using nuclear quadrupole resonance. / Erik E. Magnuson, Charles R. Moeller, Julian D. Shaw, Alan G. Sheldon. United States Patent № 6194898 B1. – 2001.

41. Anderson Marvin H. Small scale NMR spectroscopic apparatus and method. / Marvin H. Anderson, Thomas W. Schleich, Boban K. John,

James N. Shoolery. United States Patent № 6404197 B1. – 2002.

42. Pusiol Daniel J. Method and apparatus for the detection and/or analysis of compounds simultaneously exhibiting nuclear quadrupolar resonance and nuclear magnetic resonance. / Daniel J. Pusiol. European patent application № 1486794 A3. – 2005.

43. Hiblot Nicolas. A fully homemade  $^{14}\text{N}$  quadrupole resonance spectrometer / Nicolas Hiblot, Benoit Cordier, Maude Ferrari, Alain Retournard, Denis Grandclaude, Jerome Bedet, Sebastien Leclerc, Daniel Canet // C.R. Chimie. – 2008. – Vol. 11. – P. 568–579.

44. Rudakov Taras. Method and apparatus usable for mining and mineral exploration. / Taras Rudakov. United States Patent № 20110018535 A1. – 2011.

45. Браиловский В.В. Импульсный спектрометр ядерного квадрупольного резонанса / В.В. Браиловский // Приборы и техника эксперимента. – 2010. – № 2. – С. 138–141.

46. Gabidullin D.D. A Precision Frequency Synthesizer with Direct Digital Synthesis for a Low Field Magnetic Resonance Imager / D.D. Gabidullin, N.M. Gafiyatullin, N.A. Krylatykh, and Ya.V. Fattakhov // Instruments and Experimental Techniques. – 2012. – Vol. 55, No. 4. – P. 462–464.

47. Fang Yi-Yuan. Design of equal precision frequency meter based on FPGA / Yi-Yuan Fang, Xue-Jun Chen // Engineering. – 2012. – No. 4. – P. 696–700.

48. Молчанов С.В. Повышение эффективности вейвлет-обработки сигналов ЯКР модифицированными базисными функциями Морле / С.В. Молчанов, Г.В. Мозжухин, И.Г. Мершиев, Г.С. Куприянова // Вестник Балтийского государственного университета им. И. Канта. – 2011. – Вып. 5. – С. 69–76.

49. Пахотин В.А. Оптимальная обработка сигналов с затуханием / В.А. Пахотин, К.В. Власова, А.В. Кочмарский // Современные проблемы науки и образования. – 2011. – № 6. С. 11–17.

50. Молчанов С.В. Детектирование сигналов ядерного квадрупольного резонанса с ограниченной выборкой данных / С.В. Молчанов, Г.В. Мозжухин

// Вестник Балтийского федерального университета им. И. Канта. – 2010. – № 4. – С. 101–111.

51. Соколов О.В. Исследование спинового, светового и ядерного квадрупольного эха при помощи мультипликативного интеграла / Соколов О.В. // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – № 3. С. 11–19.

52. Анферов В.П. Ядерный спиновый резонанс. Новые методы / В.П. Анферов, В.С. Гречишкин, Н.Я. Синявский. – Л.: Изд-во ЛГУ, 1990. – 164 с.

53. Grechishkin V.S. NQR device for detecting plastic explosives, mines, and drugs / V.S. Grechishkin // Applied Physics A. – 1992. – P. 505–507.

54. Гречишкин В.С. Локальный ЯКР в твердых телах / В.С. Гречишкин, Н.Я. Синявский // УФН. – 1993. – Т. 163, № 10. – С. 95–119.

55. Smith J. A. S. Nitrogen-14 quadrupole resonance detection of RDX and HMX based explosives / J. A. S. Smith // Proceedings of European Convention on Security and Detection. – 1995. – P. 288–292.

56. Гречишкин В.С. Косвенные методы изучения ядерных квадрупольных взаимодействий в твердых телах / В.С. Гречишкин, А.А. Шпилевой // УФН. – 1996. – Т. 166, № 7. – С. 763–776.

57. Гречишкин В.С. Новые физические технологии: обнаружение взрывчатых и наркотических веществ методом ядерного квадрупольного резонанса / В.С. Гречишкин, Н.Я. Синявский // УФН. – 1997. – Т. 167, № 4. – С. 413–427.

58. Apih T. Magnetic Resonance Detection of Explosives and Illicit Materials / T. Apih, B. Rameev, G. Mozzhukhin, J. Barras (Eds.) // NATO Science for Peace and Security Series B: Physics and Biophysics – Springer. – 2014. P. 168.

59. Lindon J.C. Encyclopedia of spectroscopy and spectrometry [Second Edition] / J.C. Lindon, G.E. Tranter, D.W. Koppenaal. – Oxford: Academic Press, 2010. – 3312 p.

60. Klainer S.M. Fourier transform nuclear quadrupole resonance

spectroscopy / S.M. Klainer, T.B. Hirschfeld, R.A. Marino // Fourier, Hadamard and Hilbert Transforms in Chemistry / S. M. Klainer, T. B. Hirschfeld, R. A. Marino. – New York: Plenum Press, 1982. – P. 147–182.

61. Blinc R. Double resonance detection of nuclear quadrupole resonance spectra / R. Blinc // Advances in Nuclear Quadrupole Resonance / R. Blinc. – London: Heyden, 1975. – Vol. – P. 71–90.

62. Edmonds D.T. Nuclear quadrupole double resonance / D.T. Edmonds // Physics Reports. – 1977. – Vol. 29, No. 4. – P. 233–290.

63. Ernst R.R. Principles of nuclear magnetic resonance in one and two dimensions / R.R. Ernst, G. Bodenhausen, A. Wokaun. – London/New York: Oxford Univ. Press, 1987. – 610 p.

64. Romani G.L. Biomagnetic instrumentation / G.L. Romani, S.J. Williamson, L. Kaufman. // Review of Scientific Instruments. – 1982. – Vol. 53, No. 12. – P. 1815–1846.

65. Clarke J. SQUIDS: Theory and Practice / John Clarke // The New Superconducting Electronics / John Clarke. – Dordrecht, Boston and London: Kluwer Academic Publishers, 1993. – (Springer Netherlands). – (Series E: Applied Sciences; Vol. 251). – P. 123–180.

66. Greenberg Ya.S. Application of superconducting quantum interference devices to nuclear magnetic resonance / Ya.S. Greenberg. // Review of Modern Physics. – 1998. – Vol. 70, No. 1. – P. 175–222.

67. Владимиров Ю.А. Нобелевская премия в области физиологии и медицины за 2003 г. присуждена П. Лаутербуру и П. Мэнсфилду / Ю.А. Владимиров, А.Н. Осипов. // Природа. – 2004. – №1. – С. 6–8.

68. Москалев А.К. Радиоспектроскопия: курс лекций / Москалев А.К. – Красноярск: Изд-во Сибирского федерального университета, 2007. – 127 с.

69. Блюмих Бернارد. Основы ЯМР / Бернارد Блюмих – Москва: Техносфера, 2011. – 256 с.

70. Marquina-Sanchez R. A Control Unit for a Magnetic Particle Spectrometer / R. Marquina-Sanchez, S. Kaufmann, M. Ryschka, T.F. Sattel, T.M. Buzug // Springer Proceedings in Physics. –2012. – Vol. 140. – P 309–312.

71. Al-Dhafer A. H. G. Development of Microcontroller / FPGA-based systems / A. H. G. Al-Dhafer // *Int. J. Engng Ed.* – 2004. – Vol. 20, No. 1. – P. 52–60.

72. Bopche M.A. FPGA based direct digital synthesis function generator / M.A. Bopche, A.Y. Deshmukh // *International Journal of VLSI and Signal Processing Applications.* – 2011. – Vol. 1(2). – P. 8–14.

73. Kazuyuki Takeda. A highly integrated FPGA-based nuclear magnetic resonance spectrometer / Takeda Kazuyuki. // *Review of Scientific Instruments.* – 2007. – Vol. 78. – P. 033103.

74. Kazuyuki Takeda. OPENCORE NMR: Open-source core modules for implementing an integrated FPGA-based NMR spectrometer / Takeda Kazuyuki // *Journal of Magnetic Resonance.* – 2008. – Vol. 192. – P. 218-229.

75. Weinan Tang. A single-board NMR spectrometer based on a software defined radio architecture / Tang Weinan and Wang Weimin // *Measurement Science and Technology.* – 2011. – Vol. 22. – P. 015902/1-8.

76. Chytil J. Detector for Nuclear Quadrupole Resonance Spectroscopy / J. Chytil and R. Kubasek // *Progress In Electromagnetics Research Symposium Proceedings, Guangzhou, China, Aug. 25-28, 2014.*

77. Beguš Samo. A miniaturized NQR spectrometer for a multi-channel NQR-based detection device / Samo Beguš, Vojko Jazbinšek, Janez Pirnat, Zvonko Trontelj // *Journal of Magnetic Resonance.* – 2014. – Vol. 247. – P. 22–30.

78. Grechishkin V.S. Application of Multipulse Sequences in Remote NQR / V.S. Grechishkin // *Appl. Phys. A.* – 1994. Vol. 58. – P. 63–65.

79. Rudakov T.N. The use of multi-pulse nuclear quadrupole resonance techniques for the detection of explosives containing RDX / T.N. Rudakov, V.T. Mikhaltsevich, O.P. Selchikhin // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 1997. – Vol. 30. – P. 1377–1382.

80. Rudakov T.N. Multiple NQR spin echoes in phase cycled pulse experiments / T.N. Rudakov, V.T. Mikhaltsevich // *Physics Letters A.* – 2003. – Vol. 309. – P. 465–469.

81. Rudakov T.N. Modified steady-state free precession pulse sequences for

the detection of pure nuclear quadrupole resonance / T.N. Rudakov, V.T. Mikhaltsevitch, J.H. Flexman // *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*. – 2004. – Vol. 25. – P. 94–98.

82. Rudakov T.N. Modification of SSFP technique for the effective detection of NQR signals / T.N. Rudakov // *Physics Letters A*. – 2006. – Vol. 358. – P. 322–326.

83. Ajoy Ashok. Optimal pulse spacing for dynamical decoupling in the presence of a purely dephasing spin bath / Ashok Ajoy, Gonzalo A. Alvarez, Dieter Suter // *Physical Review A*. – 2011. – Vol. 83. – P. 032303-1-14.

84. Doubinskii A.A. ENDOR amplitudes of triplet state molecules: I. Electric-circuit analogy treatment / A.A. Doubinskii, Ya.S. Lebedev, K. Möbius // *Applied Magnetic Resonance*. – November 1997. – Vol. 13, No. 3. – P. 439–457.

85. Garroway Allen N. Remote Sensing by Nuclear Quadrupole Resonance / Allen N. Garroway, Michael L. Buess, Joel B. Miller, Bryan H. Suits, Andrew D. Hibbs, Geoffrey A. Barrall, Robert Matthews, Lowell J. Burnett // *IEEE Transactions on Geoscience & Remote Sensing*. – 2001. – Vol. 39, No. 6. – P. 1108–1118.

86. Harpen M.D. Analysis of the interaction between an MRI coil and a heterogeneous sample / M.D. Harpen // *Phys Med Biol*. – 1991. – Vol. 36, No. 1. – P. 133–141.

87. Harpen M.D. Theoretical basis for equivalent circuit descriptions of the electric coupling between NMR coils and samples / M.D. Harpen // *Phys Med Biol*. – 1989. – Vol. 34, No. 7. – P. 843–849.

88. Xinwang Z. A low-power compact nuclear quadrupole resonance (NQR) based explosive detection system : Diss. Doctor of Philosophy : El. Eng. / Xinwang Zhang – Lincoln-Nebraska, 2014. – 205 p.

89. Kay L.E. Pulse sequences for removal of the effects of cross correlation between dipolar and chemical-shift anisotropy relaxation mechanisms on the measurement of heteronuclear T1 and T2 values in proteins / L.K. Nicholson, F. Delaglio, A. Bax, D.A. Torchia // *J. Magn. Reson.* – 1992. Vol. 97. – P. 359–375.



90. Simulation and Model-Based Design [Электронный ресурс] // The MathWorks, Inc. – 2016. – Режим доступа до ресурсу: <https://www.mathworks.com/products/simulink.html>.

91. Bobalo Yuriy. Implementation of pulsed radiospectroscopy methods of NQR based on FPGA / Yu. Bobalo, Z. Hotra, O. Hotra, L. Politans'kyu, A. Samila // *Metrol. Meas. Syst.* – 2015. – Vol. 22, Issue 3. – P. 363-370.

92. Астрецов Д.В. Радиоавтоматика / Д.В. Астрецов, Г.А. Самусевич. – Екатеринбург: УПИ, 2007. – 154 с.

93. Хандожко А.Г. Импульсный радиоспектрометр ЯКР с эффективным подавлением переходного процесса / А.Г. Хандожко, В.А. Хандожко, А.П. Самила // *Восточно-Европейский журнал передовых технологий.* – 2013. – № 6/12(66). – С. 21-25.

94. Дероум Э. Современные методы ЯМР для химических исследований / Э. Дероум. – М: Мир, 1992. – 403 с.

95. Khandozhko V. Temperature and baric dependence of nuclear quadruple resonance spectra in indium and gallium monoselenides / V. Khandozhko, N. Raranskii, V. Balazjuk, Z. Kovalyuk, A. Samila // *Proceedings of SPIE 9066, Eleventh International Conference on Correlation Optics.* – Ukraine, Chernivtsi. – 2013. – P. 90661G–1-7.

96. Саміла А.П. Ядерний квадрупольний резонанс і сенсорні властивості шаруватих напівпровідникових кристалів GaSe та InSe / А.П. Саміла, В.О. Хандожко, З.Д. Ковалюк // *Ж. нано-електрон. фіз.* – 2015. – Том 7, № 3. – С. 03024-1-5.

97. Grebennikov A. Switchmode RF Power Amplifiers / A. Grebennikov, N.O. Sokal. – Burlington: Elsevier, 2007. – 448 p.

98. Thermal Considerations for RF Power Amplifier Devices: Application Report [Электронный ресурс] // Texas Instruments Incorporated. – 1998. – Режим доступа до ресурсу: <http://www.ti.com/lit/an/slwa009/slwa009.pdf>.

99. Datasheet of RD16HHF1 [Электронный ресурс] // Mitsubishi Electric Corporation. – 2011. – Режим доступа до ресурсу: <https://www.mitsubishielectric-mesh.com/products/pdf/rd16hhf1.pdf>.

100. Datasheet of IRF510, SiHF510 [Електронний ресурс] // Vishay Siliconix. – 2015. – Режим доступу до ресурсу: <http://www.vishay.com/docs/91015/sihf510.pdf>.

101. Мандзій Б.А. Основи теорії сигналів: підручник / Б.А. Мандзій, Р.І. Желяк. – Львів: Видавничий дім «Ініціатива», 2008. – 240 с.

102. Саміла А.П. Рознесення частот детектування та збудження в імпульсному спектрометрі ядерного квадрупольного резонансу / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Вісник Хмельницького національного університету. Технічні науки. – 2016. – №5(241). – С. 231-234.

103. Полікаровських О.І. Технологія Software Defined Radio та перспективи її використання / О.І. Полікаровських, В.Є. Гавронський // Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах. – 2012. – № 1. – С. 165–169.

104. Datasheet of AD9230 12-Bit, 170 MSPS 1.8 V Analog-to-Digital Converter [Електронний ресурс] // Analog Devices, Inc.. – 2007. – Режим доступу до ресурсу: <http://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/AD9230.pdf>.

105. Создание модели цифрового синхронного детектора [Електронний ресурс]. – 2016. – Режим доступу до ресурсу: <http://electronix.ru/forum/index.php?act=Attach&type=post&id=68838>.

106. Reichert Detlef. Receiver imperfections and CYCLOPS: An alternative description / Detlef Reichert, Gunter Hempel // Concepts in Magnetic Resonance Part A. – 2002. – Vol. 14, Issue 2. – P. 130–139.

107. Раннев Е.В. Цифровой квадратурный приемник ядерного магнитного резонанс - сигнала низкого разрешения / Е.В. Раннев // Интернет-журнал «Науковедение». – Январь – февраль, 2014. – Вып. 1. – С. 1–11.

108. Bastow T.J. A  $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{115}\text{In}$  NQR study of polytypes of GaS, GaSe and InSe / T.J. Bastow, I.D. Campbell, H.J. Whitfield // Solid State Communications. – 1981. – Vol. 39, No 2. – P. 307–311.

109. Lastivka G.I. Investigation of the multiplicities of nuclear quadrupole resonance spectrums isotopes  $^{113,115}\text{In}$  in crystals InSe grown from the melt /

G.I. Lastivka, O.G. Khandozhko, V.O. Khandozhko // East.-Eur. J. Enterp. Technol. – 2013. – No. 6. – P. 54–57.

110. Kyazym-Zade A.G. Optical detectors on GaSe and InSe layered crystals / A.G. Kyazym-Zade, A.A. Agaeva, V.M. Salmanov, A.G. Mokhtari // Technical Physics. – 2007. – Vol. 52, No. 12. – P. 1611–1613.

111. Brailovsky V.V. Topology of high-frequency field strength of microwave spectrometer sensor coil / V.V. Brailovsky, A.P. Samila, O.G. Khandozhko // Visnyk of Lviv Polytechnic National University. – 2009. – No. 646. – P. 46–51.

112. The NMR receiver: a description and analysis of design / Hoult D.I. // Progress in NMR Spectroscopy. – 1978. – Vol. 12, No. 1. – P. 41–77.

113. Расчет и проектирование магнитных систем (учебное пособие): [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [http://open.ifmo.ru/images/b/b6/144261\\_book.pdf](http://open.ifmo.ru/images/b/b6/144261_book.pdf).

114. Marrocco B. J. D. An optimized head coil design for MR imaging at 0.15 T // B. J. D. Marrocco, D.J. Drost, F.S. Prato // Magnetic Resonance in Medicine. – 1987. – Vol. 5, No. 2. – P. 143–159.

115. Glukhenkyi O.I. Three-dimensional simulation of single-phase electromagnetic stirrer of liquid metal / O.I. Glukhenkyi, Yu.M. Goryslavets, A.V. Tokarevskiy // Technical Electrodynamics. – 2013. – No. 5. P. 77–84.

116. COMSOL Multiphysics: The Platform for Physics-Based Modeling and Simulation [Электронный ресурс] // COMSOL Inc.. – 2015. – Режим доступа до ресурсу: <https://www.comsol.com/comsol-multiphysics>.

117. Glukhenkyi O.I. Scalar electric and vector magnetic potentials in theory of electromagnetic field / O.I. Glukhenkyi, Yu.M. Goryslavets // Technical Electrodynamics. – 2012. – No. 2. – P. 7–8.

118. Meyer-Baese U. Digital Signal Processing with Field Programmable Gate Arrays [3-th Ed.] / Uwe Meyer-Baese. – Berlin-Heidelberg: Springer-Verlag, 2007. – 774 p.

119. A range of programmable logic solutions [Электронный ресурс] // Intel Corporation. – 2016. – Режим доступа до ресурсу:

<http://www.intel.ua/content/www/ua/uk/fpga/devices.html>.

120. Казимир В.В. Проектування комп'ютерних систем на основі мікросхем програмованої логіки: монографія / С.А. Іванець, Ю.О. Зубань, В.В. Казимир, В.В. Литвинов. – Суми: Сумський державний університет, 2013. – 313 с.

121. Cyclone IV FPGA Device Family Overview [Електронний ресурс] // Altera Corporation. – 2016. – Режим доступу до ресурсу: [https://www.altera.com/content/dam/altera-www/global/en\\_US/pdfs/literature/hb/cyclone-iv/cyiv-51001.pdf](https://www.altera.com/content/dam/altera-www/global/en_US/pdfs/literature/hb/cyclone-iv/cyiv-51001.pdf).

122. Vankka J. Direct Digital Synthesizers: Theory, Design and Applications : Diss. Doctor of Science : Technology / Vankka Jouko – Helsinki, 2000. – 208 p.

123. Полікаровських О.І. Методи формування синусоїдальних сигналів у цифрових синтезаторах сітки частот / О.І. Полікаровських, О.І. Шевчук // Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах. – 2009. – № 2. – С. 100–105.

124. Полікаровських О.І. Застосування нового теоретико-числового базису для побудови високошвидкісних обчислювальних синтезаторів частоти (DDS) / О.І. Полікаровських // Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах. – 2013. – № 1. – С. 20–26.

125. Полікаровських О.І. Методи підвищення якості спектральних характеристик високошвидкісних обчислювальних синтезаторів частоти (DDS) / О.І. Полікаровських, В.В. Мішан // Вісник Хмельницького національного університету. Технічні науки. – 2013. – № 5. – С. 208–211.

126. Brandon David. DDS design [Електронний ресурс] / David Brandon // EDN. – 2004. – Р. 71–84. – Режим доступу до ресурсу: <http://tec.icbuy.com/uploads/2011/10/17/15750-415103.pdf>.

127. Mandal A. FPGA implementation of pipelined CORDIC for digital demodulation in FMCW radar / Amritakar Mandal, Rajesh Mishra // Infocommunications J. – 2013. – Vol. 5, No. 2. – P. 17–23.

128. Chrysafis Andreas. Motorola Digital Signal Processors. Digital Sine-

Wave Synthesis Using the DSP56001/2 [Електронний ресурс] / Andreas Chrysafis // Motorola® Inc. – 1988. – 44 p. – Режим доступу до ресурсу: <http://jcoppens.com/univ/data/pdf/dsp/apr1.pdf>.

129. Digital Waveform Generation: Approximating a Sine Wave [Електронний ресурс] MathWorks®. – 2016. – Режим доступу до ресурсу: <https://www.mathworks.com/help/simulink/examples/digital-waveform-generation-approximating-a-sine-wave.html>.

130. Shen Jie. A powerful graphical pulse sequence programming tool for magnetic resonance imaging / Jie Shen, Liu Ying, Li Jianqi, Li Gengying // Magnetic Resonance Materials in Physics, Biology and Medicine. – 2005. – Vol. 18, No. 6. – P. 332–342.

131. RadioProcessor-G™ Owner's Manual [Електронний ресурс] // SpinCore Technologies, Inc. – 2015. – Режим доступу до ресурсу: [http://www.spincore.com/CD/RadioProcessor-G/RadioProcessor-G\\_Manual.pdf](http://www.spincore.com/CD/RadioProcessor-G/RadioProcessor-G_Manual.pdf).

132. Three Quartus® Prime editions to meet your system design requirements [Електронний ресурс] // Intel Corporation. – 2016. – Режим доступу до ресурсу: <https://www.altera.com/downloads/download-center.html>.

133. Ридико Л. DDS: прямой цифровой синтез частоты / Леонид Ридико. // Компоненты и технологии. – 2001. – № 7,8. – С. 50–56.

134. Rudakov T.N. An Input Device for the Receiving Channel of a Nuclear Quadrupole Resonance Spectrometer / T.N. Rudakov, A.A. Shpilevoi // Instruments and experimental techniques. – 1997. – Vol. 40, No. 2. – P. 215-216.

135. Samila A. Peculiarities of using s-simulation for parametric identification of multiplet <sup>115</sup>In NQR spectra in InSe / A. Samila // Measurement. – 2017. – Vol. 106. – P. 109-115.

136. Саміла А.П. Застосування статично-конфігурованої ПЛІС у цифровій системі керування радіоспектрометром ЯКР / А.П. Саміла // Телекомунікаційні та інформаційні технології. – 2016. – № 4(53). – С. 73-82.

137. Samila Andriy. A Control Unit for a Pulsed NQR-FFT Spectrometer / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Ivan Hryhorchak, Leonid Politans'kyu, Taras Kazemirskiy // IAPGOS. – 2015. – Vol. 5(4). – P. 55-58.

138. Altera NIOS-EVALKIT-1C12 [Електронний ресурс] // Altera Corporation. – 2004. – Режим доступу до ресурсу: <https://www.altera.com/>

139. Cyclone FPGA Family Datasheet [Електронний ресурс] // Altera Corporation. – 2003. – Режим доступу до ресурсу: [https://www.altera.com/en\\_US/pdfs/literature/ds/ds\\_cyc.pdf](https://www.altera.com/en_US/pdfs/literature/ds/ds_cyc.pdf).

140. TFT LCD Specification TD035STEB2 [Електронний ресурс] // Toppoly Optoelectronics Corp.. – 2004. – Режим доступу до ресурсу: [http://d1.ourdev.cn/bbs\\_upload782111/files\\_17/ourdev\\_476815.pdf](http://d1.ourdev.cn/bbs_upload782111/files_17/ourdev_476815.pdf).

141. Datasheet of IRF9953 [Електронний ресурс] // International Rectifier. – 1997. – Режим доступу до ресурсу: <http://www.irf.com/product-info/datasheets/data/irf9953.pdf>.

142. Кларидж Тимоти Д.В. Современные методики ЯМР высокого разрешения в химии: учебник [перевод с английского д.х.н. Турова А.В. и Пенского Д.А.] / Тимоти Д.В. Кларидж. – Киев, 2006. – 350 с.

143. Ластівка Г.І. Дослідження мультиплетності спектрів ядерного квадрупольного резонансу ізотопів  $^{113,115}\text{In}$  в кристалах InSe вирощених з розплаву / Г.І. Ластівка, О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко // Східно-Європейський журнал передових технологій. – 2013. – Том 6, № 12(66). – С. 54-57.

144. Datasheet of DS18B20. Programmable Resolution 1-Wire Digital Thermometer [Електронний ресурс] // Maxim Integrated. – 2015. – Режим доступу до ресурсу: <https://datasheets.maximintegrated.com/en/ds/DS18B20.pdf>.

145. Datasheet of DS3231. Extremely Accurate I2C-Integrated RTC/TCXO/Crystal [Електронний ресурс] // Maxim Integrated. – 2015. – Режим доступу до ресурсу: <https://datasheets.maximintegrated.com/en/ds/DS3231.pdf>.

146. Ластівка Г.І. Температурна залежність спектрів ЯКР і параметрів кристалічної ґратки InSe / Г.І. Ластівка, А.П. Саміла, М.Д. Паранський, З.Д. Ковалюк, В.Н. Балазюк, В.О. Хандожко // Ж. нано- електрон. фіз. – 2017. – Т. 9, № 2. – С. 02023-1-4.

147. Саміла А.П. Функціонально-алгоритмічні методи автоматизації імпульсної та релаксаційної спектроскопії ЯКР / А.П. Саміла,

Т.А. Каземірський // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 43-45.

148. Datasheet of FT2232H Dual High Speed USB to Multipurpose UART/FIFO IC [Електронний ресурс] // FTDI Chip. – 2012. – Режим доступу до ресурсу: [http://www.ftdichip.com/Support/Documents/DataSheets/ICs/DS\\_FT2232H.pdf](http://www.ftdichip.com/Support/Documents/DataSheets/ICs/DS_FT2232H.pdf).

149. What Is LabVIEW? [Електронний ресурс] // National Instruments. – 2017. – Режим доступу до ресурсу: <http://www.ni.com/en-us/shop/labview.html>.

150. Саміла А.П. Апаратно-програмна реалізація системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР / А.П. Саміла // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2017. – № 1-2. – С. 16-22.

151. Samila Andriy. Quality assessment of layer-structured semiconductor single crystals by nuclear quadrupole resonance method / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Galina Lastivka, Leonid Politansky, Victor Khandozhko // Proceedings of SPIE 9809, Twelfth International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2015. – P. 980900–1-4.

152. Хандожко О.Г. Особливості спектрів ЯКР з Фур'є перетворенням / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, II Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2012. – С. 71-72.

153. Потапов А.В. Методы выделения из шумов слабых периодических сигналов (обзор). / А.В. Потапов и др. // Приборы и техника эксперимента. – 1968. – № 5. – С. 7–22.

154. Брайловський В.В. Застосування АЦП L–761 для фільтрації широкосмугових сигналів / В.В. Брайловський, О.Г. Хандожко, В.Г. Федотов, Є.І. Слинько // Науковий вісник Чернівецького університету. Фізика. Електроніка. – 2005. – Вип. 268. – С. 73–76.

155. Повышение чувствительности в спектроскопии магнитного



резонанса. Анализ методом усреднения по времени / Эрнст А.А. // Приборы для научных измерений. – 1965. – № 10. – С. 1–10.

156. OWON 2-CH Arbitrary Waveform Generator With Counter [Электронный ресурс] // OWON Technology Inc. – 2017. – Режим доступа до ресурсу: [http://owontme.com/products\\_owon\\_2-ch\\_arbitrary\\_waveform\\_generator\\_with\\_counter](http://owontme.com/products_owon_2-ch_arbitrary_waveform_generator_with_counter).

157. Саміла А.П. Програмно-технічний комплекс проектування систем з великим ступенем інтеграції на програмованому кристалі / А.П. Саміла, Т.А. Каземірський // Международный научный журнал Acta Universitatis Pontica Euxinus. Специальный выпуск. – 2016. – С. 573-578.

158. Хандожко В.О. Детектування ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах при низьких рівнях збудження / В.О. Хандожко, М.Д. Паранський, Л.Ф. Політанський, В.Н. Балазюк, А.П. Саміла // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2012. – № 6/11(60). – С. 29-33.

159. RadioProcessor Model G: Complete RF Acquisition and Excitation System with Digital Detection, Real-Time Signal Processing, and Three Gradient Voltage Outputs [Электронный ресурс] / Режим доступа до ресурсу: <http://www.spincore.com/products/RadioProcessor-G/RadioProcessor-G.shtml>.

160. Bidadi H. Exciton absorption in InSe crystals at picosecond excitation / H. Bidadi, M. Kalafi, V. Salmanov // Indian J. Phys. A. – 1994. – Vol. 68. – P. 539–544.

161. Kalafi M. Nonlinear Light Absorption in GaSe Crystals at the Fundamental Absorption Edge / M. Kalafi, H. Bidadi, H. Tajalli, V.M. Salmanov // Opt. Mater. – 1996. – Vol. 6. – P. 117–120.

162. Ding Yujie J. Widely-tunable, monochromatic, and high-power terahertz sources and their applications / Yujie J. Dind and Wei Shi // Nonlinear Opt. Phys. and Mat. – 2003. – Vol. 12, No 4. – P. 557–585.

163. Kovalyuk Z.D. Intrinsic conductive oxide-p-InSe solar cells / Z.D. Kovalyuk, V.M. Katerynychuk, A.I. Savchuk, O.M. Sydor // Materials Science and Engineering B. – 2004. – Vol. 109, No 3. – P. 252–255.

164. Segura A. Photovoltaic efficiency of InSe solar cells / A. Segura,



A. Chevy, J.P. Guesdon, J.M. Besson // *Solar Energy Materials*. – 1980. – Vol. 2. – P. 159–165.

165. Фосетт В.Р. О перезаряжаемости литиевых источников тока / В.Р. Фосетт // *Электрохимия*. – 1983. – Т. 19, № 9. – С. 1160–1172.

166. Кедринский И.А. Химические источники тока с литиевым электродом / И.А. Кедринский, В.Е. Дмитренко, Ю.М. Поваров, И.И. Грудянов. – Красноярск: Изд. Краснояр. Ун-та, 1983. – 247 с.

167. Ковалюк З.Д. Барична та тензочутливість шаруватих напівпровідників InSe та GaSe / З.Д. Ковалюк, М.М. Пирля, В.Б. Боледзюк, В.В. Шевчик // *УФЖ*. – 2011. – Т. 56, № 4. – С. 368–372.

168. Григорчак І.І. Структура та фізичні властивості InSe і GaSe селективно інтеркальованих літієм / І.І. Григорчак, С.В. Гаврилюк, В.В. Нетяга, З.Д. Ковалюк // *Журнал фізичних досліджень*. – 2000. – Т. 4, № 1. – С. 82–84.

169. Кудринський З.Р. Нанокompозитний матеріал на основі шаруватих кристалів GaSe та InSe, інтеркальованих сегнетоелектриком RbNO<sub>3</sub> / З.Р. Кудринський, В.В. Нетяга // *Журнал нано- та електронної фізики*. – 2013. – Т. 5, № 3. – С. 03028(1–7).

170. Случинская И.А. Основы материаловедения и технологии полупроводников / Случинская И.А. М.: Высшая школа, 2002. – 376 с.

171. А. с. 631014 СССР, МКИЗ Н 01 L 21/46. Способ изготовления р–п и гетеропереходов / В.Л. Бакуменко, В.Ф. Чишко (СССР). – № 2367947; заявл. 02.06.76; опубл. 15.05.82, Бюл. № 18.

172. Бакуменко В.Л. Исследование гетеропереходов InSe-GaSe, приготовленных посадкой на оптический контакт. Электрические характеристики неосвещенных переходов / В.Л. Бакуменко и др. // *ФТП*. – 1980. – Т. 14, № 6. – С. 1115–1119.

173. Ковалюк З.Д. Оптимизация фотоэлектрических параметров InSe-гетероструктур гамма-облучением / З.Д. Ковалюк, В.Н. Катеринчук, О.А. Политанская (Сидор), О.Н. Сидор // *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. – 2005. – № 5(55). – С. 47–48.

174. Gomes da Costa P. First-principles study of the electronic structure of  $\gamma$ -InSe and  $\beta$ -InSe / P. Gomes da Costa, R.G. Dandrea, R.F. Wallis, M. Balkanski // *Phys. Rev. B.* – 1993. – Vol. 48, No.10. – P. 14135–14141.

175. Kuhn A. Crystal structure and interatomic distances in GaSe / A. Kuhn, A. Chevy, R. Chevalier // *Phys. stat. sol. A.* – 1975. – Vol. 31, No 2. – P. 469–475.

176. Depeursinge Y. Electronic properties of the layer III–VI semiconductors. A comparative study / Y. Depeursinge // *IL Nuovo Cimento B.* – 1981. – Vol. 64, No. 1. – P. 111–150.

177. Micocci G. Impurity Levels in As-Doped Indium Selenide Single Crystals / G. Micocci, A. Tepore, R. Rella and P. Siciliano // *Phys. stat. sol. A.* – 1992. – Vol. 133, No. 2. – P. 421–428.

178. Shigetomi S. Impurity levels in layered semiconductor n-InSe doped with Ge / S. Shigetomi, T. Ikari // *Phys. stat. sol. B.* – 2003. – Vol. 236, No 1. – P. 135–142.

179. Катеринчук В.Н. Гетеропереходы из InSe, сформированные термическим окислением кристаллической полужки / В.Н. Катеринчук, М.З. Ковалюк // *Письма в ЖТФ.* – 1992. – Т. 18, № 12. – С. 70–72.

180. Курбатов Л.Н. Новые МДП-структуры на основе моноселенида индия / Л.Н. Курбатов, А.А. Балыченко, В.Л. Бакуменко, В.А. Морозов, В.Ф. Чишко, С.С. Махиджанов // *Письма в ЖТФ.* – 1978. – Т. 4, № 18. – С. 1110–1113.

181. Катеринчук В.Н. Р–п-гомогенные InSe-фотодиоды / В.Н. Катеринчук, М.З. Ковалюк // *ФТП.* – 1991. – Т. 25, № 5. – С. 954–957.

182. Savchyn V.P. Photoelectric properties of heterostructures based on thermo-oxidated GaSe and InSe crystals / V.P. Savchyn, V.B. Kytsay // *Thin Solid Films.* – 2000. – Vol. 361-362. – P. 123–125.

183. Драпак С.И. Эффект усиления фототока в гетероструктуре In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–GaSe / С.И. Драпак, З.Д. Ковалюк // *Письма в ЖТФ.* – 2001. – Т. 27, № 18. – С. 1–7.

184. Багиров А.Г. Электрические свойства гетероперехода p-GaSe–n-InSe / А.Г. Багиров // *Физика.* – 2000. – Т. 6, № 4. – С. 28–29.

185. Катеринчук В.Н. Влияние режимов формирования собственного оксида на свойства гетеропереходов оксид–p-InSe / В.Н. Катеринчук, З.Д. Ковалюк, А.В. Заслонкин // Письма в ЖТФ. – 1999. – Т. 25, № 13. – С. 34–36.
186. Катеринчук В.Н. Гетеропереходы оксид–p-InSe на ориентированной (110) подложке кристалла / В.Н. Катеринчук, З.Д. Ковалюк, Т.В. Беца, В.М. Каминский, В.В. Нетяга // Письма в ЖТФ. – 2001. – Т. 27, № 10. – С. 62–66.
187. Ахундов Г.А. Зависимость показателя преломления в GaSe и GaS от интенсивности освещения / Г.А. Ахундов, Л.Г. Мусаева, М.Д. Ханутова // Оптика и спектроскопия. – 1975. – Т. 38, № 4. – С. 700–702.
188. Беленький Г.Л. Деформационные явления в слоистых кристаллах / Г.Л. Беленький, Э.Ю. Салаев, Р.А. Сулейманов // УФН. – 1988. – Т. 155, № 1. – С. 89–127.
189. Terhell J. C. J. M. Polytypism in the III-VI layer compounds / J. C. J. M. Terhell // Progr. Cryst. Growth and Characterization of Polytype Struct. – 1983. – Vol. 7. – P. 55–110.
190. Ахундов Г.А. Анизотропия оптических констант GaSe и GaS вблизи края поглощения / Г.А. Ахундов и др. // ФТП. – 1975. – Т. 9, № 1. – С. 142–145.
191. Бродин М.С. Экситонные процессы в слоистых кристаллах / М.С. Бродин, И.В. Блонский. – Киев: Наук. думка, 1986. – 256 с.
192. Семилетов С.А. Электронографическое исследование структуры GaTe / С.А. Семилетов, В.А. Власов // Кристаллография. – 1963. – Т. 8, № 4. – С. 877–880.
193. Ковалюк З.Д. Фазы внедрения при интеркалировании слоистых соединений типа  $A_3B_6$  / З.Д. Ковалюк // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. – 1985. – № 21(10). – С. 1625–1655.
194. Драпак С.И. Экспериментальное исследование влияния ароматических углеводов на удельное сопротивление селенида индия / С.И. Драпак, З.Д. Ковалюк // ФТП. – 2007. – Т. 41, № 10. – С. 1214–1217.

195. Григорчак І.І. Інтеркаляція: здобутки, проблеми, перспективи / І.І. Григорчак // Фізика і хімія твердого тіла. – 2001. – Т. 2, № 1. – С. 7–55.

196. Ластивка Г.И. Влияние отжига на спектры ЯКР и характеристики гетерофотодиодов GaSe-InSe / Г.И. Ластивка, О.Н. Сидор, З.Д. Ковалюк, А.Г. Хандожко // Восточно-Европейский Журнал передовых технологий. – 2010. – № 4/5(46). – С. 28–34.

197. Хандожко В.А. Влияние температурного отжига на качество слоистых монокристаллов InSe и характеристики гетеропереходов n-InSe– p-InSe / В.А. Хандожко // Физика и техника полупроводников. – 2014. – Т. 48, № 4. – С. 564–569.

198. Ластивка Г.И. Мультиплетная структура спектров ЯКР в InSe / Г.И. Ластивка, А.Г. Хандожко, Е.И. Слынько // ФТТ-2009. Актуальные проблемы физики твердого тела: международная научная конференция, 20-23 октября 2009 г., Минск: тезисы докл. – Т. 2., 2009. – С. 107–109.

199. Патент № 84872 UA, МПК(2013.01), G01N 24/00. Застосування напівпровідникового кристала GaSe як термометричної речовини для термометра на основі ядерного квадрупольного резонансу / Хандожко В.О., Раранський М.Д., Ковалюк З.Д., Балазюк В.Н., Саміла А.П. Заявник ЧНУ імені Юрія Федьковича. – № u201302015; заявл. 18.02.13; опубл. 11.11.13, Бюл. № 21.

200. Schwarz U. Structural and optical properties of InSe under pressure / U. Schwarz, A.R. Goni, K. Syassen, et all. // High Pressure Research. – 1991. – Vol. 8. – P. 396–398.

201. Errandonea D. Crystal symmetry and pressure effects on the valence band structure of  $\gamma$ -InSe and  $\epsilon$ -GaSe / D. Errandonea, A. Segura, F.J. Manjon et all. // Phys. Rev. B. – 2005. – Vol. 71, No 12. – P. 125206(1-11).

202. Горбатий В.Р. Сучасний стан ЯКР термометрії / В.Р. Горбатий // SWORLD: міжнар. наук.-практ. конф. : збірник наукових праць. – Т. 2, № 3., 2010. – С. 48–50.

203. Gatulle M. Elastic constants of the layered compounds Gas, GaSe, InSe, and their pressure dependence / M. Gatulle, M. Fische, A. Ciibvy // Phys.

Stat. Sol. B. – 1983. – Vol. 119. – P. 327–336.

204. Pellicer-Porres J. High-pressure X-ray absorption study of InSe / J. Pellicer-Porres, A. Segura, V. Munoz // Phys. Rev. B. – 1999. – Vol. 60, No 6. – P. 3757–3763.

205. Gauthier M. Optical properties of gallium selenide under high pressure / M. Gauthier, A. Polian, J.M. Besson, A. Chevy // Phys. Rev. B. – 1989. – Vol. 40, No 6. – P. 3837–3854.

206. Руцанский К.З. Влияние гидростатического давления на статические и динамические свойства кристалла InSe: исследования из первых принципов / К.З. Руцанский // ФТТ. – 2004. – Т. 46, № 1. – С. 177–184.

207. Драпак С.И. Влияние одноосного сжатия на параметры фотопреобразования оптического контакта p-GaSe–n-InSe / С.И. Драпак, М.О. Воробец, З.Д. Ковалюк // ФТП. – 2005. – Т. 39, № 5. – С. 633–635.

208. Pashayev A.M. Hopping conductivity in GaSe monocrystals at low temperatures / A.M. Pashayev, A.R. Gadjiyev, T.B. Tagiyev, T.M. Abbasova // Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics. – 2011. – Vol. 4, No 4. – P. 287–289.

209. Исмаилов А.А. Влияние генерационно-рекомбинационных процессов на электропроводность монокристаллов GaS и GaSe, облученных электронами / А.А. Исмаилов, Г.И. Исаков, Н.Д. Ахмедзаде, М.М. Ширинов // Международный научный журнал «Альтернативная энергетика и экология», НТЦ «ТАТА». – 2010. – № 6(86). – С. 48–51.

210. Гейдаров А. Электрические свойства CaSe полученного косвенным методом из газовой фазы / А. Гейдаров // Журнал неорганической химии. – 2007. – Т. 52, № 10. – С. 1618–1620.

211. Лашкарев Г.В. Аномалии статической и динамической проводимости моноселенида индия / Г.В. Лашкарев, А.И. Дмитриев, А.А. Байда, З.Д. Ковалюк, М.В. Кондрин, А.А. Пронин // ФТП. – 2003. – Т. 37, № 2. – С. 145–150.

212. Хандожко В.О. Спостереження ЯКР в термометричній речовині

Cu<sub>2</sub>O / В.О. Хандожко, Л.Ф. Політанський, А.П. Саміла // Сенсорна електроніка і мікросистемні технології. – 2013. – Т. 10, № 4. – С. 23-27.

213. Патент № 87571 UA, МПК(2014), G01N 24/00. Процес реєстрації температури на основі монокристалу селеніда галію / Ковалюк З.Д., Хандожко В.О., Балазюк В.Н., Раранський М.Д., Саміла А.П. Заявник ЧНУ імені Юрія Федьковича. – № u201310965; заявл. 13.09.13; опубл. 10.02.14, Бюл. № 3.

214. Хандожко В.О. Термометричні властивості моноселеніда індію / В.О. Хандожко, М.Д. Раранський, А.П. Саміла // Науково-практ. конф. «Інформаційно-вимірювальні технології та системи». – Київ, Україна. – Жовтень, 2013. – С.56.

215. Kovalyuk Z.D. The electric field gradient asymmetry parameter in InSe / Z.D. Kovalyuk, A.G. Khandozhko, G.I. Lastivka, A.P. Samila // Semiconductor Physics, Quantum Electronics and Optoelectronics. – 2011. – No 2. – P. 164–166.

216. Samila A. Simulation of magnetic field topology in a saddle-shaped coil of nuclear quadrupole resonance spectrometer / A. Samila // Progress In Electromagnetics Research Letters. – 2015. – Vol. 56. – P. 83-88.

217. Bastow T.J. Hyperfine structure in Ga NQR of Gas and GaSe / T.J. Bastow, I.D. Campbell, S.N. Stuart // Journal of Molecular Structure. – 1983. – Vol. 111. – P. 71–77.

218. Popovic R.S. Hall Effect Devices : Series in Sensors / R.S. Popovic. – Bristol and Philadelphia: IOP Publishing Ltd, 2004. – 420 p.

219. Sensitivity and Offset Voltage Testing in the Hall-Effect Sensors Made of Graphene / [O. Petruk, R. Szewczyk, T. Ciuk et al.]. // Advances in Intelligent Systems and Computing. – 2014. – No. 267. – P. 631–640.

220. Samila A.P. Prompt Quality Monitoring of InSe and GaSe Semiconductor Crystals by the Nuclear Quadrupole Resonance Technique / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.A. Khandozhko, and Z.D. Kovalyuk // Semiconductors. – 2016. – Vol. 50, No. 8. – P. 1034-1037.

221. Григорчак І.І. Фізичні процеси у супрамолекулярних ансамблях та їх практичне застосування: монографія / І.І. Григорчак, Б.А. Лукіянець,

А.Ю. Підлужна, Л.Ф. Політанський, Г.В. Понеділок, А.П. Саміла, О.Г. Хандожко. – Чернівці: Видавництво ЧНУ ім. Ю. Федьковича, 2016. – 536 с.

222. Саміла А.П. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук GaSe та InSe / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Ж. нано- електрон. фіз. – 2016. – Т. 8, № 4. – С. 04081-1-4.

223. Хандожко В.О. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі / В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Матеріали XIII міжнародної науково-технічної конференції «Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах». – Одеса-Затока, Україна. – Червень, 2014. – С. 69-70.

**ДОДАТОК А. Функції переходів та виходів  
машинного автомату системи керування спектрометром ЯКР**



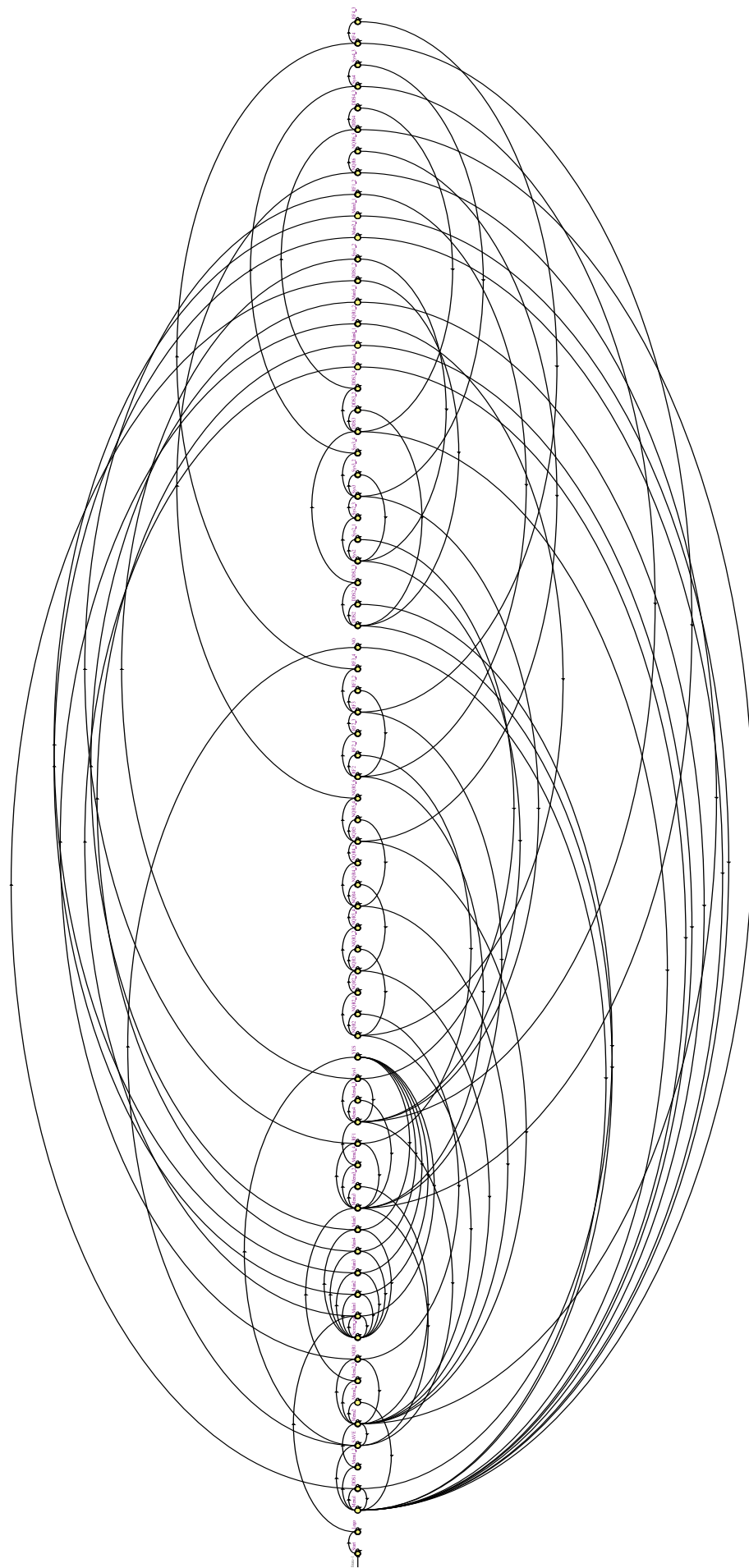


Рис. А.1. Діаграма станів машинного автомату програми керування спектрометром ЯКР

## VHDL код програми керування спектрометром

```
-- Copyright (C) 1991-2010 Altera Corporation
-- Your use of Altera Corporation's design tools, logic functions
-- and other software and tools, and its AMPP partner logic
-- functions, and any output files from any of the foregoing
-- (including device programming or simulation files), and any
-- associated documentation or information are expressly subject
-- to the terms and conditions of the Altera Program License
-- Subscription Agreement, Altera MegaCore Function License
-- Agreement, or other applicable license agreement, including,
-- without limitation, that your use is for the sole purpose of
-- programming logic devices manufactured by Altera and sold by
-- Altera or its authorized distributors. Please refer to the
-- applicable agreement for further details.

-- Generated by Quartus II Version 9.1 Build 350 03/24/2010 Service Pack 2 SJ Web Edition
-- Created on Tue Sep 20 14:03:10 2016
```

```
LIBRARY ieee;
USE ieee.std_logic_1164.all;
```

```
ENTITY ALG1 IS
```

```
    PORT (
        reset : IN STD_LOGIC := '0';
        clock : IN STD_LOGIC;
        x1 : IN STD_LOGIC := '0';
        x2 : IN STD_LOGIC := '0';
        x3 : IN STD_LOGIC := '0';
        x4 : IN STD_LOGIC := '0';
        x6 : IN STD_LOGIC := '0';
        x7 : IN STD_LOGIC := '0';
        x8 : IN STD_LOGIC := '0';
        x9 : IN STD_LOGIC := '0';
        x10 : IN STD_LOGIC := '0';
        x11 : IN STD_LOGIC := '0';
        xM1 : IN STD_LOGIC := '0';
        xM2 : IN STD_LOGIC := '0';
        xM3 : IN STD_LOGIC := '0';
        xM4 : IN STD_LOGIC := '0';
        xM5 : IN STD_LOGIC := '0';
        y1 : OUT STD_LOGIC;
        y2 : OUT STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0);
        y3 : OUT STD_LOGIC;
        y4 : OUT STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0);
        y5 : OUT STD_LOGIC
    );
END ALG1;
```

```
ARCHITECTURE BEHAVIOR OF ALG1 IS
```

```
    TYPE
        type_fstate
        (Start,Logo,Main1,Menu1,Menu2,Menu3,Menu4,SAVE,YES,NO,DDS1,DDS2,DDS3,DDS4,NQR1,NQR2,NQR3,
        NQR4,NQR5,NQR6,RF1,RF2,RF3,RF4,Sys1,Sys2,Sys3,Sys4,Screen_sav,Main2,Main3,Main4,Main5,Main1_1,Me
        nu1_2,Menu2_1,Menu2_3,Menu3_2,Menu3_4,Menu4_3,DDS1_2,DDS2_1,DDS2_3,DDS3_2,DDS3_4,DDS4_3,N
        QR1_2,NQR2_1,NQR2_3,NQR3_2,NQR3_4,NQR4_3,NQR4_5,NQR5_4,NQR5_6,NQR6_5,RF1_2,RF2_1,RF2_3
        ,RF3_2,RF3_4,RF4_3,Sys1_2,Sys2_1,Sys2_3,Sys3_2,Sys3_4,Sys4_3,Main2_1,Main3_1,Main4_1,Main5_1);
        SIGNAL fstate : type_fstate;
        SIGNAL reg_fstate : type_fstate;
        SIGNAL reg_y2 : STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0) := "00000";
        SIGNAL reg_y4 : STD_LOGIC_VECTOR(4 DOWNTO 0) := "00000";
BEGIN
```

```

PROCESS (clock,reg_fstate,reg_y2,reg_y4)
BEGIN
  IF (clock='1' AND clock'event) THEN
    fstate <= reg_fstate;
    y2 <= reg_y2;
    y4 <= reg_y4;
  END IF;
END PROCESS;

```

```

PROCESS (fstate,reset,x1,x2,x3,x4,x6,x7,x8,x9,x10,x11,xM1,xM2,xM3,xM4,xM5)
BEGIN
  IF (reset='1') THEN
    reg_fstate <= Start;
    reg_y2 <= "00000";
    reg_y4 <= "00000";
    y1 <= '0';
    y3 <= '0';
    y5 <= '0';
  ELSE
    y1 <= '0';
    reg_y2 <= "00000";
    y3 <= '0';
    reg_y4 <= "00000";
    y5 <= '0';
    CASE fstate IS
      WHEN Start =>
        IF ((x1 = '1')) THEN
          reg_fstate <= Logo;
          -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
        ELSE
          reg_fstate <= Start;
        END IF;
      WHEN Logo =>
        IF ((x2 = '1')) THEN
          reg_fstate <= Main1;
          -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
        ELSE
          reg_fstate <= Logo;
        END IF;
        y1 <= '1';
      WHEN Main1 =>
        IF (((x6 = '1') AND (x11 = '0'))) THEN
          reg_fstate <= Main1_1;
        ELSIF (((x11 = '1') AND (x6 = '0'))) THEN
          reg_fstate <= Screen_sav;
          -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
        ELSE
          reg_fstate <= Main1;
        END IF;
        reg_y2 <= "00000";
      WHEN Menu1 =>
        IF (((x6 = '1') AND (x8 = '0')) AND (x9 = '0')) THEN
          reg_fstate <= SAVE;
        ELSIF (((((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
          reg_fstate <= Menu1_2;
        ELSIF (((((x9 = '1') AND (x10 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
          reg_fstate <= DDS1;
          -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
        ELSE
          reg_fstate <= Menu1;
        END IF;
        reg_y2 <= "00101";
    END CASE;
  END IF;
END PROCESS;

```

```

WHEN Menu2 =>
  IF ((((((x7 = '1') AND (x8 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu2_1;
  ELSIF ((((((x6 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= SAVE;
  ELSIF ((((((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu2_3;
  ELSIF ((((((x9 = '1') AND (x10 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x8 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= NQR1;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= Menu2;
  END IF;
reg_y2 <= "00110";
WHEN Menu3 =>
  IF ((((((x7 = '1') AND (x8 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu3_2;
  ELSIF ((((((x6 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= SAVE;
  ELSIF ((((((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu3_4;
  ELSIF ((((((x9 = '1') AND (x10 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x8 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= RF1;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= Menu3;
  END IF;
reg_y2 <= "00111";
WHEN Menu4 =>
  IF ((((((x7 = '1') AND (x8 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu4_3;
  ELSIF ((((((x6 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= SAVE;
  ELSIF ((((((x9 = '1') AND (x10 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x8 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Sys1;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= Menu4;
  END IF;
reg_y2 <= "01000";
WHEN SAVE =>
  IF (((x9 = '1') AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= YES;
  ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= NO;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= SAVE;
  END IF;
reg_y2 <= "11011";
WHEN YES =>
  IF (((((((x3 = '1') AND (xM1 = '1')) AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5
= '0')))) THEN
    reg_fstate <= Main1;
  ELSIF (((((((x3 = '1') AND (xM1 = '0')) AND (xM2 = '1')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND
(xM5 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Main2;
  ELSIF (((((((x3 = '1') AND (xM1 = '0')) AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '1')) AND (xM4 = '0')) AND
(xM5 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Main3;
  ELSIF (((((((x3 = '1') AND (xM1 = '0')) AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '1')) AND
(xM5 = '0')))) THEN

```

```

        reg_fstate <= Main4;
    ELSIF ((((((x3 = '1') AND (xM1 = '0')) AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND
(xM5 = '1')) THEN
        reg_fstate <= Main5;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= YES;
    END IF;
    reg_y2 <= "11101";
WHEN NO =>
    IF ((x4 = '1')) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= NO;
    END IF;
    reg_y2 <= "11100";
WHEN DDS1 =>
    IF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
    ELSIF (((((x8 = '1') AND (x8 = '1')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS1_2;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS1;
    END IF;
    reg_y2 <= "01001";
WHEN DDS2 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS2_1;
    ELSIF (((((x8 = '1') AND (x8 = '1')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS2_3;
    ELSIF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS2;
    END IF;
    reg_y2 <= "01010";
WHEN DDS3 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS3_2;
    ELSIF (((((x8 = '1') AND (x8 = '1')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS3_4;
    ELSIF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS3;
    END IF;
    reg_y2 <= "01011";
WHEN DDS4 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS4_3;
    ELSIF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS4;
    END IF;
    reg_y2 <= "01100";
WHEN NQR1 =>

```

```

IF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR1_2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= NQR1;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "01101";
reg_y4 <= "00000";
WHEN NQR2 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR2_1;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR2_3;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= NQR2;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "01110";
reg_y4 <= "00001";
WHEN NQR3 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR3_2;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR3_4;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= NQR3;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "01111";
reg_y4 <= "00001";
WHEN NQR4 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR4_3;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR4_5;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= NQR4;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "10000";
reg_y4 <= "00010";
WHEN NQR5 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR5_4;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR5_6;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE

```

```

    reg_fstate <= NQR5;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "10001";
reg_y4 <= "00011";
WHEN NQR6 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR6_5;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= NQR6;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "10010";
reg_y4 <= "00100";
WHEN RF1 =>
IF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu3;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= RF1_2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= RF1;
END IF;
reg_y2 <= "10011";
WHEN RF2 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= RF2_1;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= RF2_3;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= RF2;
END IF;
reg_y2 <= "10100";
WHEN RF3 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= RF3_2;
ELSIF (((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= RF3_4;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= RF3;
END IF;
reg_y2 <= "10101";
WHEN RF4 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= RF4_3;
ELSIF (((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= RF4;
END IF;
reg_y2 <= "10110";
WHEN Sys1 =>

```

```

IF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Menu4;
ELSIF (((((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Sys1_2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys1;
END IF;
reg_y2 <= "10111";
WHEN Sys2 =>
IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Sys2_1;
ELSIF (((((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Sys2_3;
ELSIF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Menu4;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys2;
END IF;
reg_y2 <= "11000";
WHEN Sys3 =>
IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Sys3_2;
ELSIF (((((x8 = '1') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Sys3_4;
ELSIF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Menu4;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys3;
END IF;
reg_y2 <= "11001";
WHEN Sys4 =>
IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '1')) AND (x10 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Sys4_3;
ELSIF (((((x10 = '1') AND (x9 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x8 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Menu4;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys4;
END IF;
reg_y2 <= "11010";
WHEN Screen_sav =>
IF ((((((((((xM1 = '1') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND
(x6 = '1')) OR ((((((xM1 = '1') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x7 =
'1')) OR ((((((xM1 = '1') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x8 = '1')) OR
(((((((xM1 = '1') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x9 = '1')) OR
(((((((xM1 = '1') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x10 = '1'))))) THEN
    reg_fstate <= Main1;
ELSIF ((((((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '1')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND
AND (x6 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '1')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND
(x7 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '1')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x8
= '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '1')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x9 =
'1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '1')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x10 =
'1'))))) THEN
    reg_fstate <= Main2;
ELSIF ((((((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '1')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND
AND (x6 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '1')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND
(x7 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '1')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x8
= '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '1')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x9 =
'1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '1')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '0')) AND (x10 =
'1'))))) THEN

```



```

'1')))) THEN
    reg_fstate <= Main3;
    ELSIF (((((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '1')) AND (xM5 = '0'))
AND (x6 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '1')) AND (xM5 = '0')) AND
(x7 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '1')) AND (xM5 = '0')) AND (x8
= '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '1')) AND (xM5 = '0')) AND (x9 =
'1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '1')) AND (xM5 = '0')) AND (x10 =
'1')))) THEN
    reg_fstate <= Main4;
    ELSIF (((((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '1'))
AND (x6 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '1')) AND
(x7 = '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '1')) AND (x8
= '1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '1')) AND (x9 =
'1')) OR ((((((xM1 = '0') AND (xM2 = '0')) AND (xM3 = '0')) AND (xM4 = '0')) AND (xM5 = '1')) AND (x10 =
'1')))) THEN
    reg_fstate <= Main5;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Screen_sav;
    END IF;
    y3 <= '1';
WHEN Main2 =>
    IF ((x11 = '1')) THEN
        reg_fstate <= Screen_sav;
    ELSIF (((x6 = '1') AND (x11 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Main2_1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Main2;
    END IF;
    reg_y2 <= "00001";
WHEN Main3 =>
    IF ((x11 = '1')) THEN
        reg_fstate <= Screen_sav;
    ELSIF (((x6 = '1') AND (x11 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Main3_1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Main3;
    END IF;
    reg_y2 <= "00010";
WHEN Main4 =>
    IF ((x11 = '1')) THEN
        reg_fstate <= Screen_sav;
    ELSIF (((x6 = '1') AND (x11 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Main4_1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Main4;
    END IF;
    reg_y2 <= "00011";
WHEN Main5 =>
    IF ((x11 = '1')) THEN
        reg_fstate <= Screen_sav;
    ELSIF (((x6 = '1') AND (x11 = '0')) THEN
        reg_fstate <= Main5_1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Main5;
    END IF;
    reg_y2 <= "00100";
WHEN Main1_1 =>

```

```

IF (((x6 = '0') AND (x11 = '0'))) THEN
    reg_fstate <= Menu1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Main1_1;
END IF;
reg_y2 <= "00000";
WHEN Menu1_2 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Menu1_2;
END IF;
reg_y2 <= "00110";
WHEN Menu2_1 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Menu2_1;
END IF;
reg_y2 <= "00101";
WHEN Menu2_3 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Menu2_3;
END IF;
reg_y2 <= "00111";
WHEN Menu3_2 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Menu3_2;
END IF;
reg_y2 <= "00110";
WHEN Menu3_4 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu4;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Menu3_4;
END IF;
reg_y2 <= "01000";
WHEN Menu4_3 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x6 = '0')) AND (x9 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= Menu3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Menu4_3;
END IF;
reg_y2 <= "00111";
WHEN DDS1_2 =>
IF ((((((x8 = '0') AND (x8 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')))) THEN
    reg_fstate <= DDS2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= DDS1_2;
END IF;

```

```

    reg_y2 <= "01010";
WHEN DDS2_1 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x8 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS2_1;
    END IF;
    reg_y2 <= "01001";
WHEN DDS2_3 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x8 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS3;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS2_3;
    END IF;
    reg_y2 <= "01011";
WHEN DDS3_2 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x8 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS2;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS3_2;
    END IF;
    reg_y2 <= "01010";
WHEN DDS3_4 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x8 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS4;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS3_4;
    END IF;
    reg_y2 <= "01100";
WHEN DDS4_3 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x8 = '0')) AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= DDS3;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= DDS4_3;
    END IF;
    reg_y2 <= "01011";
WHEN NQR1_2 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= NQR2;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= NQR1_2;
    END IF;
    y5 <= '1';
    reg_y2 <= "01110";
    reg_y4 <= "00001";
WHEN NQR2_1 =>
    IF (((((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= NQR1;
    -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= NQR2_1;
    END IF;
    y5 <= '1';
    reg_y2 <= "01101";

    reg_y4 <= "00000";

```

```

WHEN NQR2_3 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR3;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= NQR2_3;
  END IF;
  y5 <= '1';
  reg_y2 <= "01111";
  reg_y4 <= "00001";
WHEN NQR3_2 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR2;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= NQR3_2;
  END IF;
  y5 <= '1';
  reg_y2 <= "01110";
  reg_y4 <= "00001";
WHEN NQR3_4 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR4;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= NQR3_4;
  END IF;
  y5 <= '1';
  reg_y2 <= "10000";
  reg_y4 <= "00010";
WHEN NQR4_3 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR3;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= NQR4_3;
  END IF;
  y5 <= '1';
  reg_y2 <= "01111";
  reg_y4 <= "00001";
WHEN NQR4_5 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR5;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= NQR4_5;
  END IF;
  y5 <= '1';
  reg_y2 <= "10001";
  reg_y4 <= "00011";
WHEN NQR5_4 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= NQR4;
  -- Inserting 'else' block to prevent latch inference
  ELSE
    reg_fstate <= NQR5_4;
  END IF;
  y5 <= '1';
  reg_y2 <= "10000";
  reg_y4 <= "00010";
WHEN NQR5_6 =>
  IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN

```

```

    reg_fstate <= NQR6;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= NQR5_6;
END IF;
y5 <= '1';
reg_y2 <= "10010";
reg_y4 <= "00100";
WHEN NQR6_5 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= NQR5;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= NQR6_5;
    END IF;
    y5 <= '1';
    reg_y2 <= "10001";
    reg_y4 <= "00011";
WHEN RF1_2 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= RF2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= RF1_2;
    END IF;
    reg_y2 <= "10100";
WHEN RF2_1 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= RF1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= RF2_1;
    END IF;
    reg_y2 <= "10011";
WHEN RF2_3 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= RF3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= RF2_3;
    END IF;
    reg_y2 <= "10101";
WHEN RF3_2 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= RF2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= RF3_2;
    END IF;
    reg_y2 <= "10100";
WHEN RF3_4 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= RF4;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= RF3_4;
    END IF;
    reg_y2 <= "10110";
WHEN RF4_3 =>
    IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
        reg_fstate <= RF3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference

```

```

ELSE
    reg_fstate <= RF4_3;
END IF;
reg_y2 <= "10101";
WHEN Sys1_2 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Sys2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys1_2;
END IF;
reg_y2 <= "11000";
WHEN Sys2_1 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Sys1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys2_1;
END IF;
reg_y2 <= "10111";
WHEN Sys2_3 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Sys3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys2_3;
END IF;
reg_y2 <= "11001";
WHEN Sys3_2 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Sys2;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys3_2;
END IF;
reg_y2 <= "11000";
WHEN Sys3_4 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Sys4;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys3_4;
END IF;
reg_y2 <= "11010";
WHEN Sys4_3 =>
IF (((x8 = '0') AND (x7 = '0')) AND (x10 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Sys3;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Sys4_3;
END IF;
reg_y2 <= "11001";
WHEN Main2_1 =>
IF (((x6 = '0') AND (x11 = '0')) THEN
    reg_fstate <= Menu1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Main2_1;
END IF;
reg_y2 <= "00001";
WHEN Main3_1 =>
IF (((x6 = '0') AND (x11 = '0')) THEN

```

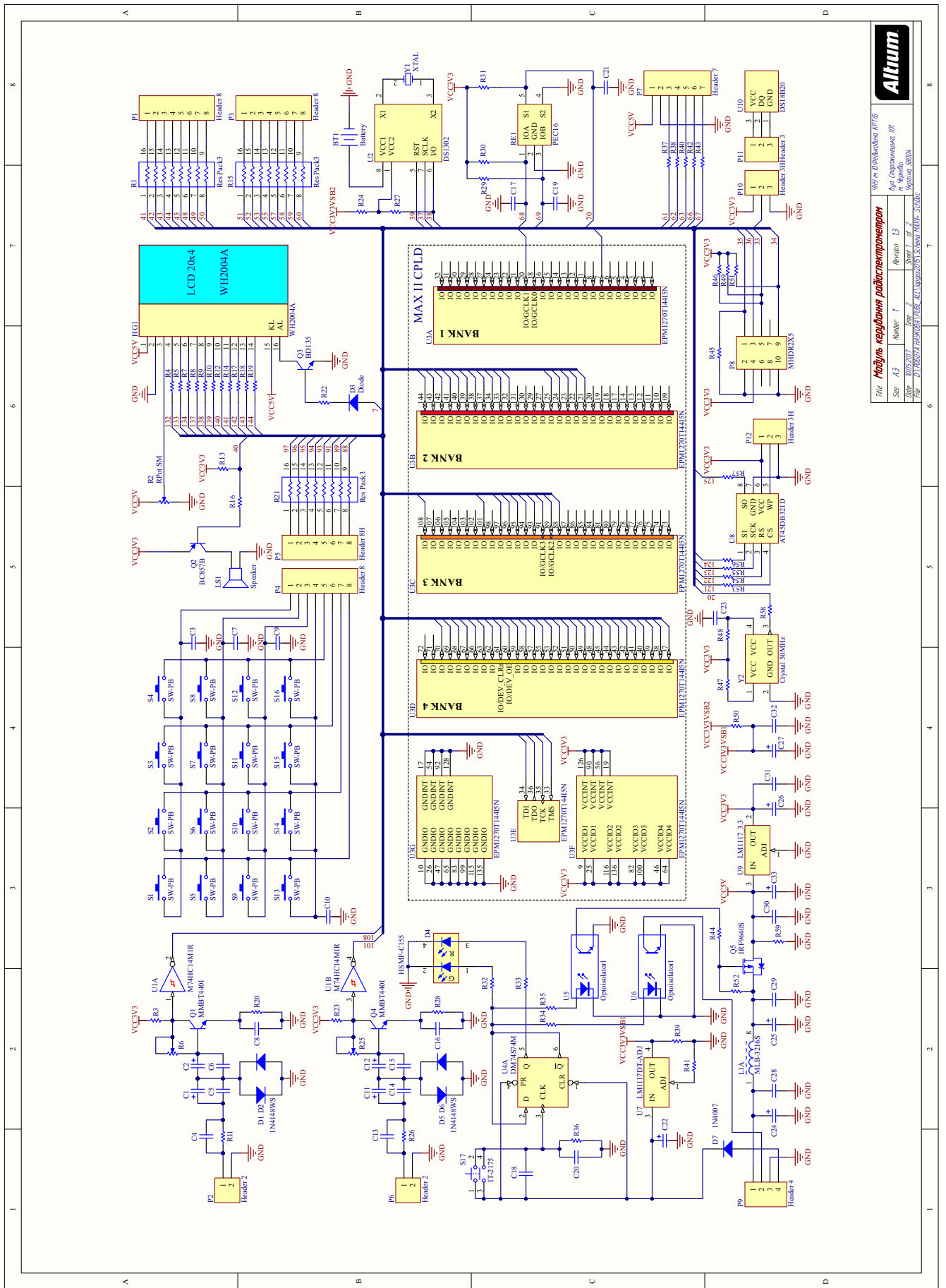
```

    reg_fstate <= Menu1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
ELSE
    reg_fstate <= Main3_1;
END IF;
reg_y2 <= "00010";
WHEN Main4_1 =>
    IF (((x6 = '0') AND (x11 = '0'))) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Main4_1;
    END IF;
    reg_y2 <= "00011";
WHEN Main5_1 =>
    IF (((x6 = '0') AND (x11 = '0'))) THEN
        reg_fstate <= Menu1;
-- Inserting 'else' block to prevent latch inference
    ELSE
        reg_fstate <= Main5_1;
    END IF;
    reg_y2 <= "00100";
WHEN OTHERS =>
    y1 <= 'X';
    reg_y2 <= "XXXXXX";
    y3 <= 'X';
    reg_y4 <= "XXXXXX";
    y5 <= 'X';
    report "Reach undefined state";
END CASE;
END IF;
END PROCESS;
END BEHAVIOR;

```

**ДОДАТОК Б. Схеми електричні принципові апаратних функціональних  
модулів спектрометра ЯКР**





Модуль керування радіоспектрометром  
 Шлях виробництва: КР/16  
 Автор: Сторожук О.І.  
 м. Чернівці

Стр. 1 з 2

Стор. 1 з 2

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

№: 01/16/01/16

Рис. Б.1. Схема електрична принципова модуля керування радіоспектрометром

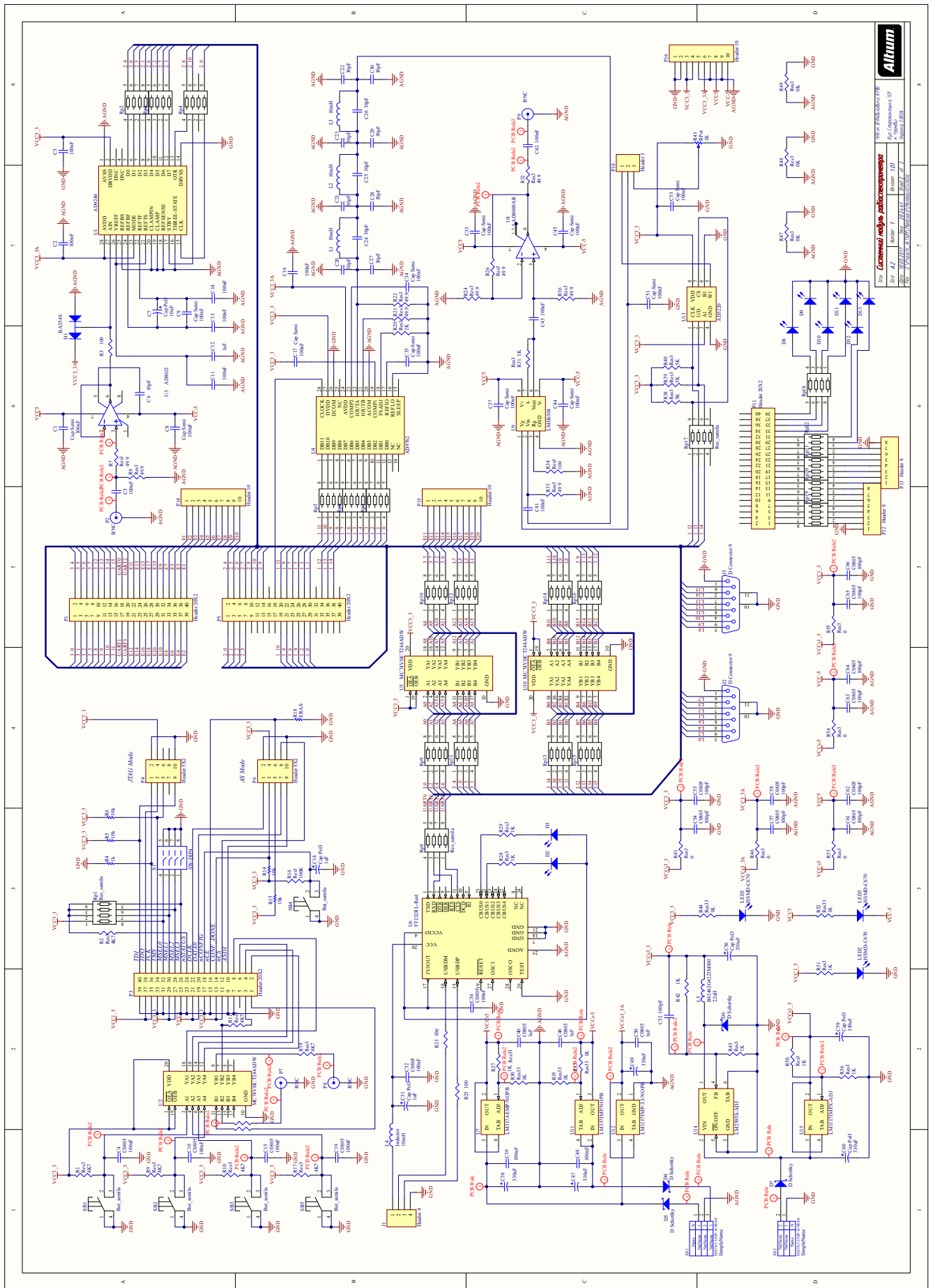


Рис. Б.2. Схема електрична принципова цифрового ядра спектрометра

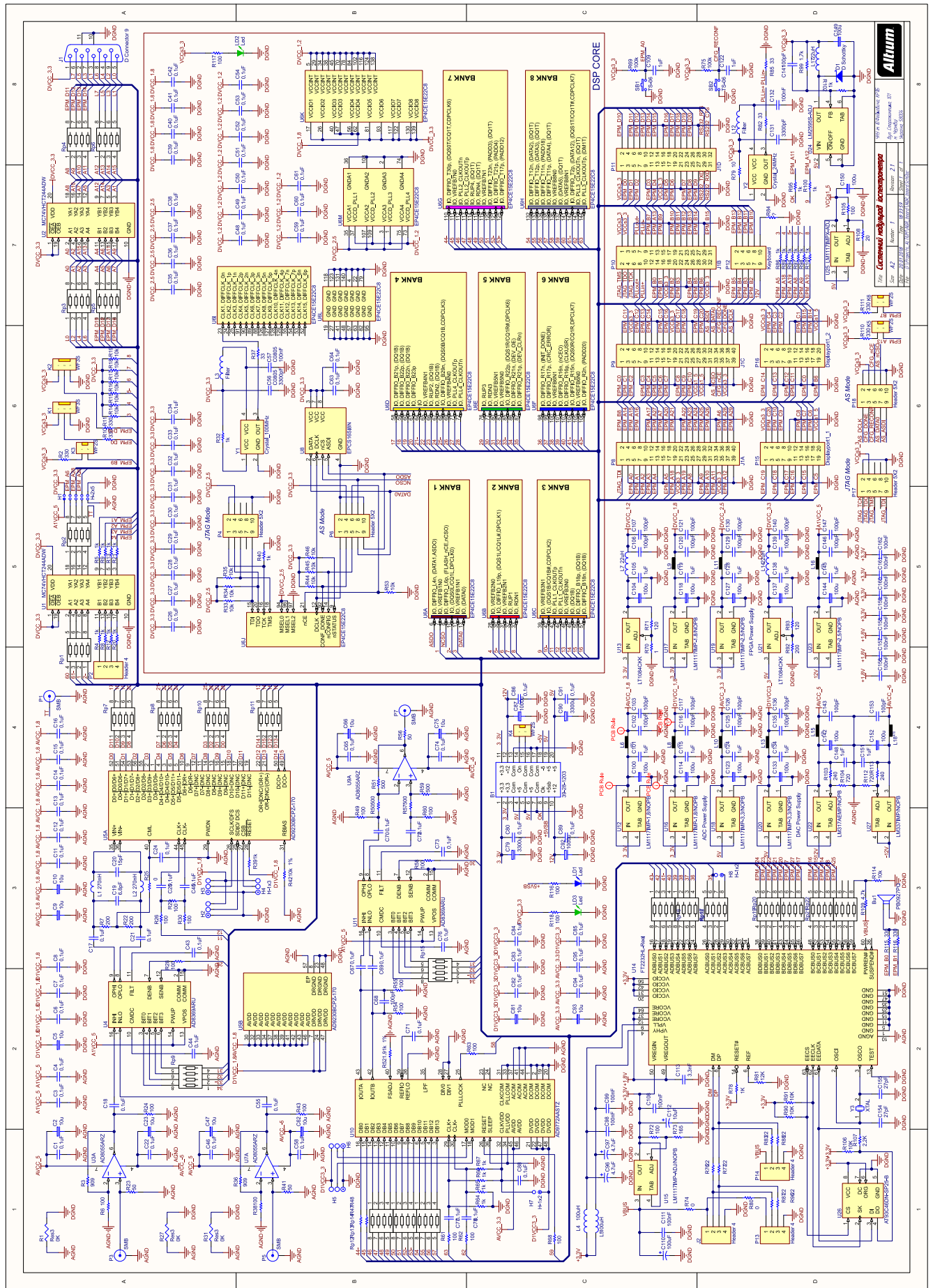


Рис. Б.3. Модифікована схема електрична принципова цифрового ядра спектрометра

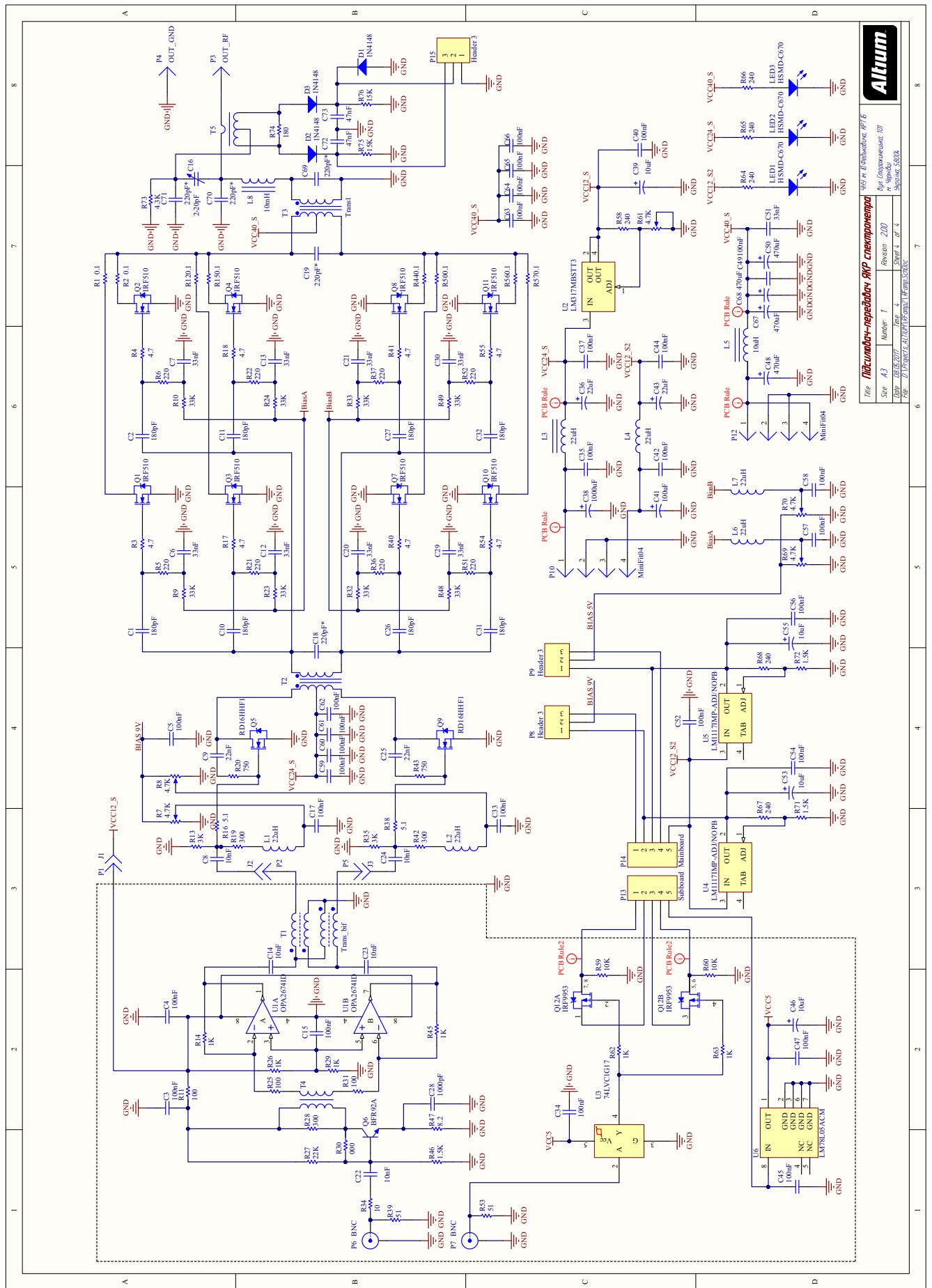


Рис. Б.4. Схема електрична принципова ВЧ передавача радіоспектрометра

## ДОДАТОК В. Віртуальний інструмент системи збору даних радіофізичних експериментів

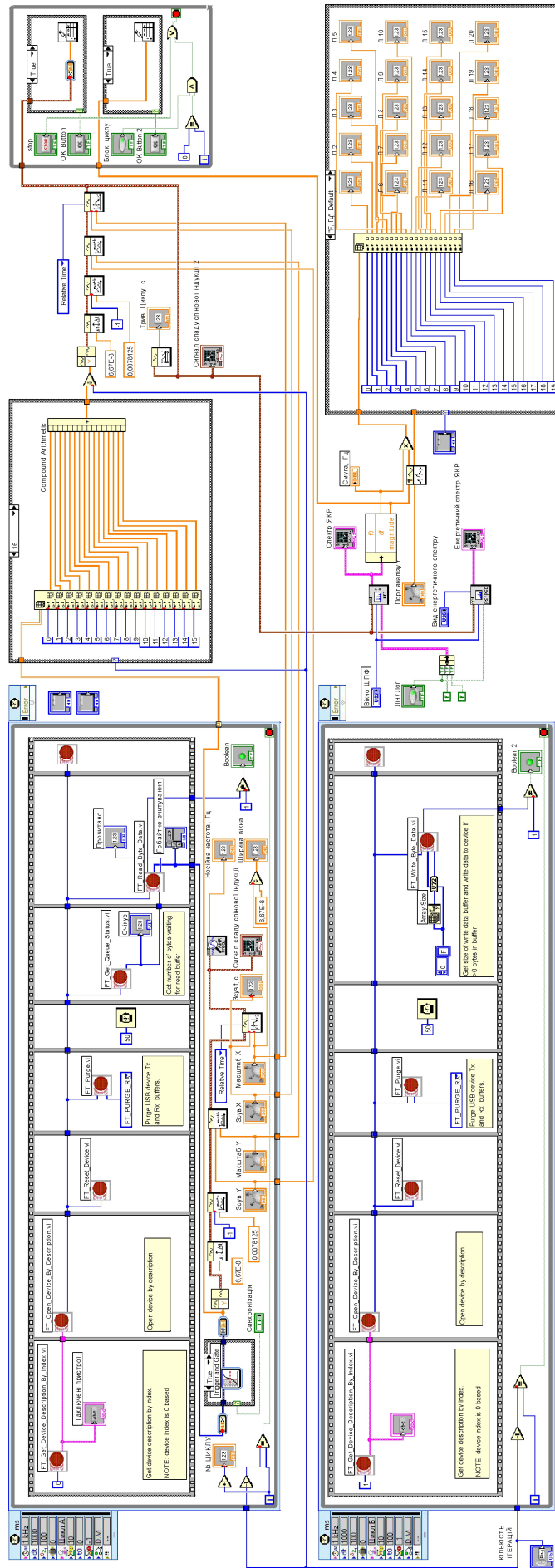


Рис. В.1. Структурна схема віртуального інструмента LabVIEW, розробленого для системи збору даних спектрометра ЯКР



## ДОДАТОК Г. Акти впровадження результатів дисертаційної роботи

Затверджую

Генеральний директор  
Науково-виробничого підприємства  
“ЕЛЕКТРОН-КАРАТ”  
професор, д. т. н.



М.М. Ваків

2017 р.

### Акт

про використання результатів дисертаційної роботи Саміли Андрія Петровича на тему “Структурний та функціональний синтез радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії матеріалів з квадрупольними ядрами атомів”

Даний акт складений в тому, що наукові та практичні результати дисертаційної роботи Саміли А.П. впроваджені у Львівському Науково-виробничому підприємстві “ЕЛЕКТРОН-КАРАТ” при розробці підприємством технологій отримання новітніх матеріалів для потреб мікро- і радіоелектроніки та їх впровадження в промислове виробництво. Зокрема, результати роботи використані для:

- дослідження фізичних властивостей шаруватих кристалічних структур на основі елементів АЗВ6 (динамічні характеристики, чутливі до температури, тиску, входження домішки і дефектів кристалічної ґратки;

- звуження ліній спектру ядерного квадрупольного резонансу (ЯКР) і підвищення роздільної здатності мультиплетів спектрів, викликаних політипною структурою кристалічної ґратки;

- дослідження центрів розсіювання та механічних напруг в кристалічних напівпровідникових структурах.

Отримані в дисертаційній роботі результати мають практичну цінність та уможливають проведення досліджень імпульсним методом ЯКР тонкої структури напівпровідникових матеріалів та їх характеристик.

Нач. відділу 1630  
д. т. н., с.н.с.

Круковський С.І.

Затверджую  
Керівник Чернівецького  
відділення ІПМ НАН  
України  
д.ф.-м.н. Ковалюк З.Д.



“29” листопада 2014

### Акт

про використання результатів дисертаційної роботи Саміли Андрія Петровича на тему “Структурний та функціональний синтез радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії матеріалів з квадрупольними ядрами атомів”

Даний акт складений в тому, що наукові та практичні результати дисертаційної роботи Саміли А.П. впроваджені у Чернівецькому відділенні інституту проблем матеріалознавства НАН України при розробці технологій модифікації напівпровідникових кристалів  $A_3B_6$ . Зокрема, результати роботи використані для:

- дослідження розупорядкування політипних модифікацій структури шаруватих та органічних сполук з метою встановлення якості вихідних матеріалів після вирощення та відпалу;

- вивчення орієнтаційної залежності спектрів ядерного квадрупольного резонансу (ЯКР) в шаруватих та органічних напівпровідників у магнітному і радіочастотному полі для встановлення блочності кристалічної структури досліджуваних зразків;

- визначення за допомогою спектрів ЯКР співвідношення політипів в кристалах InSe і GaSe, отриманих при різних технологічних умовах вирощення і наступної обробки, а також в результаті легування;

- дослідження впливу температури відпалу на структуру політипів в InSe, GaSe та характеристики гетерофотодіодів, створених на основі прямого оптичного контакту.

Отримані в дисертаційній роботі результати мають практичну цінність, а розроблений метод ЯКР дає можливість проводити дослідження впорядкованості напівпровідникових матеріалів та їх характеристик, відзначається простотою і зручністю у використанні, характеризується достатньою точністю проведення вимірювань.

Ст. наук. співробітник  
к.ф.-м.н.

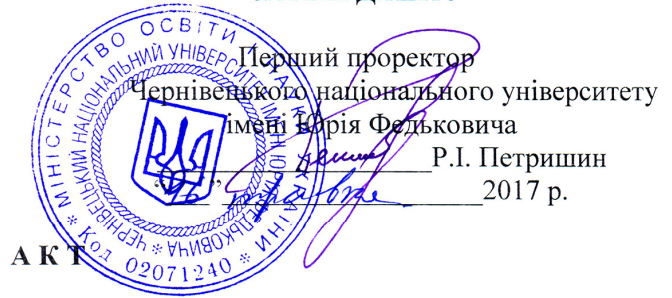
Ст. наук. співробітник  
к.ф.-м.н.

Мінтянський І.В.

Савицький П.І.



ЗАТВЕРДЖЕНО



Впровадження результатів дисертаційної роботи Саміли Андрія Петровича на тему «Структурний та функціональний синтез радіоелектронних засобів імпульсної спектроскопії матеріалів з квадрупольними ядрами атомів» в навчальний процес Чернівецького національного університету імені Юрія Федьковича

Комісія у складі:

Голова директор ІФТКН, д.ф.-м.н., проф. Ангельський Олег В'ячеславович  
( посада, прізвище, ім'я, по батькові)

Члени комісії: 1. д.т.н., проф. Політанський Леонід Францович  
2. к.ф.-м.н., доц. Струк Ярослав Михайлович  
3. к.ф.-м.н., доц. Бесага Роман Миколайович

В період з "15" травня 2017 р. по "16" травня 2017 р. провела роботу з визначення фактичного впровадження результатів роботи, що отримані при виконанні дисертаційної роботи Лабораторна робота з курсу "Генерування і формування сигналів" на тему "Дослідження властивостей синтезаторів секвент з числовим керуванням"  
(назва впровадженні роботи)

Комісія розглянула матеріали, що підтверджують виконання та впровадження роботи, такі як: робочий макет прямого цифрового синтезатора секвент на базі програмованої логікової інтегральної схеми Altera, методичні вказівки до лабораторної роботи, робочу програму курсу "Генерування і формування сигналів" зі спеціальності - 172 «Телекомунікації та радіотехніка» спеціалізації «Радіотехніка», яка доповнена новою лабораторною роботою.  
(монографія, підручник, навчальний посібник, навчальний план, прилад, пристрій)


Комісією встановлено (дається пояснення про результат виконаної роботи, що впроваджується, відмічається його важливість, науковий рівень у порівнянні зі світовими та вітчизняними досягненнями, відмічаються відповідні зміни у навчальних програмах кафедри).

Робота впроваджена у навчальний план з курсу "Генерування і формування сигналів" на кафедрі радіотехніки та інформаційної безпеки ЧНУ згідно вимог Болонської системи навчання.  
(підручник, навчальний посібник, навчальний план, тощо)

Голова комісії:  Ангельський О.В.  
(підпис) Прізвище, ініціали

Члени комісії  Політанський Л.Ф.  
 Струк Я.М.  
 Бесага Р.М.

"16" травня 2017 р.

Науковий консультант  д.т.н., проф. Політанський Леонід Францович

"16" травня 2017 р.



**ДОДАТОК Д. Список публікацій здобувача за темою дисертації та  
відомості про апробацію результатів дисертації**

*Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати дисертації:*

1. Григорчак І.І. Фізичні процеси у супрамолекулярних ансамблях та їх практичне застосування: монографія / І.І. Григорчак, Б.А. Лукіянець, А.Ю. Підлужна, Л.Ф. Політанський, Г.В. Понеділок, А.П. Саміла, О.Г. Хандожко. – Чернівці: Видавництво ЧНУ ім. Ю. Федьковича, 2016. – 536 с. (Монографія, ISBN 978-966-423-366-5)

2. Samila A. Energy efficiency increase of NQR spectrometer transmitter at pulse resonance excitation with noise signals / A. Samila, V. Khandozhko, L. Politansky // Solid State Nuclear Magnetic Resonance. – 2017. – Vol. 87. – P. 10-17. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0926-2040; IF: 2.1)

3. Samila A. Peculiarities of using s-simulation for parametric identification of multiplet  $^{115}\text{In}$  NQR spectra in InSe / A. Samila // Measurement. – 2017. – Vol. 106. – P. 109-115. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0263-2241; IF: 2.4)

4. Саміла А.П. Широкополосный энергоэффективный усилитель мощности для импульсного я.к.р.-спектрометра / А.П. Саміла, Л.Ф. Політанський, В.А. Хандожко // Приборы и техника эксперимента. – 2016. – № 3. – С. 153-154. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0032-8162; IF: 0.6)

5. Samila A.P. Prompt Quality Monitoring of InSe and GaSe Semiconductor Crystals by the Nuclear Quadrupole Resonance Technique / A.P. Samila, G.I. Lastivka, V.A. Khandozhko, and Z.D. Kovalyuk // Semiconductors. – 2016. – Vol. 50, No. 8. – P. 1034-1037. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 1063-7826; IF: 0.9)

6. Bobalo Yuriy. Implementation of pulsed radiospectroscopy methods of NQR based on FPGA / Yu. Bobalo, Z. Hotra, O. Hotra, L. Politans'kyu, A. Samila

// *Metrol. Meas. Syst.* – 2015. – Vol. 22, Issue 3. – P. 363-370. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus, WoS; ISSN 0860-8229; IF: 1.6)

7. Samila A. Simulation of magnetic field topology in a saddle-shaped coil of nuclear quadrupole resonance spectrometer / A. Samila // *Progress In Electromagnetics Research Letters.* – 2015. – Vol. 56. – P. 83-88. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Scopus; ISSN 1937-6480; IF: 0.7)

8. Ластівка Г.І. Температурна залежність спектрів ЯКР і параметрів кристалічної ґратки InSe / Г.І. Ластівка, А.П. Саміла, М.Д. Паранський, З.Д. Ковалюк, В.Н. Балазюк, В.О. Хандожко // *Ж. нано- електрон. фіз.* – 2017. – Т. 9, № 2. – С. 02023-1-4. (Наукове фахове видання; індексується Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

9. Саміла А.П. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук GaSe та InSe / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // *Ж. нано- електрон. фіз.* – 2016. – Т. 8, № 4. – С. 04081-1-4. (Наукове фахове видання; індексується Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

10. Саміла А.П. Ядерний квадрупольний резонанс і сенсорні властивості шаруватих напівпровідникових кристалів GaSe та InSe / А.П. Саміла, В.О. Хандожко, З.Д. Ковалюк // *Ж. нано- електрон. фіз.* – 2015. – Том 7, № 3. – С. 03024-1-5. (Наукове фахове видання; індексується Scopus, WoS; ISSN 2077-6772; IF: 0.4)

11. Саміла А.П. Генерація гармонічного коливання для синтезу цифрових сигналів на основі вбудованих апаратних систем / А.П. Саміла, Л.Ф. Політанський // *Вісник Хмельницького національного університету. Технічні науки.* – 2017. – №1(245). – С. 116-120. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 2307-5732)

12. Саміла А.П. Апаратно-програмна реалізація системи збору даних для імпульсного спектрометра ЯКР / А.П. Саміла // *Технология и*

конструирование в электронной аппаратуре. – 2017. – № 1-2. – С. 16-22.  
(Наукове фахове видання; індексується РИНЦ; ISSN 2225-5818)

13. Саміла А.П. Рознесення частот детектування та збудження в імпульсному спектрометрі ядерного квадрупольного резонансу / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Вісник Хмельницького національного університету. Технічні науки. – 2016. – №5(241). – С. 231-234. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 2307-5732)

14. Саміла А.П. Застосування статично-конфігурованої ПЛІС у цифровій системі керування радіоспектрометром ЯКР / А.П. Саміла // Телекомунікаційні та інформаційні технології. – 2016. – № 4(53). – С. 73-82. (Наукове фахове видання; ISSN 2412-4338)

15. Саміла А.П. Програмно-технічний комплекс проектування систем з великим ступенем інтеграції на програмованому кристалі / А.П. Саміла, Т.А. Каземірський // Международный научный журнал Acta Universitatis Pontica Euxinus. Специальный выпуск. – 2016. – С. 573-578. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Index Copernicus; ISSN 1312-1669)

16. Samila Andriy. A Control Unit for a Pulsed NQR-FFT Spectrometer / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Ivan Hryhorchak, Leonid Politans'kyu, Taras Kazemirskiy // IAPGOS. – 2015. – Vol. 5(4). – P. 55-58. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується Index Copernicus; ISSN 2083-0157)

17. Самила А.П. Разработка цифрового синтезатора частот на ПЛИС для импульсного Фурье-радио-спектрометра ЯКР / А.П. Самила // Международный научно-исследовательский журнал. – 2013. – № 12(19). – С. 124-127. (Друковане іноземне наукове періодичне видання з напряму; індексується РИНЦ; ISSN 2303-9868)

18. Хандожко А.Г. Импульсный радиоспектрометр ЯКР с эффективным подавлением переходного процесса / А.Г. Хандожко, В.А. Хандожко, А.П. Самила // Восточно-Европейский журнал передовых

технологий. – 2013. – № 6/12(66). – С. 21-25. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus, РИНЦ; ISSN 1729-3774)

19. Хандожко В.О. Спостереження ЯКР в термометричній речовині  $\text{Cu}_2\text{O}$  / В.О. Хандожко, Л.Ф. Політанський, А.П. Саміла // Сенсорна електроніка і мікросистемні технології. – 2013. – Т. 10, № 4. – С. 23-27. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus, РИНЦ; ISSN 1815-7459)

20. Хандожко В.О. Порівняння результатів детектування ЯКР методами неперервного та імпульсного спостереження / В.О. Хандожко, Л.Ф. Політанський, А.П. Саміла // Вісник національного університету «Львівська політехніка». «Радіоелектроніка та телекомунікації». – 2013. – Вип. 766. – С. 35-40. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 0421-0399)

21. Хандожко В.О. Детектування ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах при низьких рівнях збудження / В.О. Хандожко, М.Д. Раранський, Л.Ф. Політанський, В.Н. Балазюк, А.П. Саміла // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2012. – № 6/11(60). – С. 29-33. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus, РИНЦ; ISSN 1729-3774)

22. Політанський Л.Ф. Подавление синхронной помехи в ЯКР с модуляцией Зеемана / Л.Ф. Політанський, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2012. – № 2. – С. 8-11. (Наукове фахове видання; індексується РИНЦ; ISSN 2225-5818)

23. Політанський Л.Ф. Анализ шумовых и сигнальных характеристик автодинного спин-детектора / Л.Ф. Політанський, В.А. Хандожко, А.П. Саміла // Вісник Національного технічного університету "Харківський політехнічний інститут". Збірник наукових праць. Тематичний випуск: Нові рішення в сучасних технологіях. – Харків: НТУ "ХПІ". – 2012. – № 68. – С. 104-110. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 2079-5459)

24. Хандожко О.Г. ЕПР і ЯКР у шаруватому кристалі  $\text{GaSe:Gd}$  /

О.Г. Хандожко, Г.І. Ластівка, З.Д. Ковалюк, А.П. Саміла // Вісник національного університету «Львівська політехніка». «Електроніка». – 2011. – Вип. 708. – С. 179-183. (Наукове фахове видання; індексується Index Copernicus; ISSN 0421-0399)

*Наукові праці, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації (очна форма участі):*

25. Samila Andriy. A Computational Model of Signal Transformations in Pulsed NQR Spectrometer / Andriy Samila, Galina Lastivka, Leonid Politansky // The International Conference TCSET'2016 "Modern problems of radio engineering, telecommunications, and computer science". – Ukraine, Lviv-Slavske. – February, 2016. – P. 37-39. (Scopus)

26. Саміла А.П. Перенесення частоти детектування в спектрометрі з імпульсним збудженням ЯКР / А.П. Саміла, Г.І. Ластівка, В.О. Хандожко // Фізико-технологічні проблеми передавання, оброблення та зберігання інформації в інфокомунікаційних системах, V Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Листопад, 2016. – С. 94-95.

27. Samila Andriy. Quality assessment of layer-structured semiconductor single crystals by nuclear quadrupole resonance method / Andriy Samila, Alexander Khandozhko, Galina Lastivka, Leonid Politansky, Victor Khandozhko // Proceedings of SPIE 9809, Twelfth International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2015. – P. 980900–1-4. (Scopus)

28. Samila Andriy. FPGA-based Programmable Pulse Sequencer for NQR-FFT Spectrometer / Andriy Samila, Vladislav Andrushchak, Fedor Kuku // The International Conference TCSET'2014 "Modern problems of radio engineering, telecommunications, and computer science". – Ukraine, Lviv-Slavske. – February-March, 2014. – P. 190-191. (Scopus)

29. Хандожко В.О. Вимірювання індукції магнітного поля із застосуванням ефекту Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі / В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Матеріали XIII міжнародної науково-технічної

конференції «Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах». – Одеса-Затока, Україна. – Червень, 2014. – С. 69-70.

30. Хандожко О.Г. Ефект Зеємана в ядерному квадрупольному резонансі сполук GaSe та InSe / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 16-17.

31. Саміла А.П. Стенд лабораторний для проектування систем з великим ступенем інтеграції на програмованому кристалі / А.П. Саміла, В.Ю. Андрушак, Д.В. Воробець, Р.А. Янчишин // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 42.

32. Саміла А.П. Функціонально-алгоритмічні методи автоматизації імпульсної та релаксаційної спектроскопії ЯКР / А.П. Саміла, Т.А. Каземірський // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, IV Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2014. – С. 43-45.

33. Khandozhko V. Temperature and baric dependence of nuclear quadruple resonance spectra in indium and gallium monoselenides / V. Khandozhko, N. Raranskii, V. Balazjuk, Z. Kovalyuk, A. Samila // Proceedings of SPIE 9066, Eleventh International Conference on Correlation Optics. – Ukraine, Chernivtsi. – 2013. – P. 90661G–1-7. (Scopus)

34. Саміла А.П. Модуль керування та аналізу даних для імпульсного Фур'є-спектрометра ЯКР / А.П. Саміла, В.О. Хандожко // Науково-практична конференція «Інформаційно-вимірювальні технології та системи». – Київ, Україна. – Жовтень, 2013. – С.49.

35. Хандожко В.О. Термометричні властивості моноселеніда індію / В.О. Хандожко, М.Д. Раранський, А.П. Саміла // Науково-практ. конф.

«Інформаційно-вимірювальні технології та системи». – Київ, Україна. – Жовтень, 2013. – С.56.

36. Хандожко О.Г. Імпульсний когерентний радіоспектрометр ЯКР / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, III Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2013. – С. 46-47.

37. Саміла А.П. Спостереження ЯКР в термометричній речовині  $\text{Cu}_2\text{O}$  / А.П. Саміла, В.О. Хандожко // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, III Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2013. – С. 48.

38. Каземірський Т.А. Програмно-апаратний комплекс для дослідження пружних та непружних властивостей моно- та полікристалів / Т.А. Каземірський, Є.І. Курек, А.В. Олійнич-Лисюк, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, III Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2013. – С. 76.

39. Хандожко В.О. Вплив тиску на спектр ядерного квадрупольного резонансу в  $\text{InSe}$  / В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Шістнадцята відкрита науково-технічна конференція ІТРЕ НУЛП з проблем електроніки та інфокомунікаційних систем. – Львів, Україна. – Квітень, 2013р. – С. 84.

40. Саміла А.П. Детектування ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах при низьких рівнях збудження / А.П. Саміла, В.Н. Балазюк, М.Д. Раранський, В.О. Хандожко // П'ятнадцята відкрита науково-технічна конференція ІТРЕ НУЛП з проблем електроніки та інфокомунікаційних систем. – Львів, Україна. – Квітень, 2012. – С. 25.

41. Хандожко В.О. Установка для дослідження ультразвукових ехо-імпульсів у кристалах / В.О. Хандожко, М.Д. Раранський, Л.Ф. Політанський, В.Н. Балазюк, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних

пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, II Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2012. – С. 69-70.

42. Хандожко О.Г. Особливості спектрів ЯКР з Фур'є перетворенням / О.Г. Хандожко, В.О. Хандожко, А.П. Саміла // Фізико-технологічні проблеми радіотехнічних пристроїв, засобів телекомунікацій, нано- та мікроелектроніки, II Міжнародна науково-практична конференція. – Чернівці, Україна. – Жовтень, 2012. – С. 71-72.

43. Ластивка Г.И. Ориентационная зависимость спектра ЯКР в InSe / Г.И. Ластивка, А.Г. Хандожко, З.Д. Ковалюк, А.П. Саміла // Сборник докладов Международной научной конференции "Актуальные проблемы физики твердого тела" ФТТ-2011. – Т. 2. – Минск, Беларусь. – Октябрь, 2011. – С. 56-58.

*Наукові праці, які додатково відображають наукові результати дисертації:*

44. Патент № 87571 UA, МПК(2014), G01N 24/00. Процес реєстрації температури на основі монокристалу селеніда галію / Ковалюк З.Д., Хандожко В.О., Балазюк В.Н., Раранський М.Д., Саміла А.П. Заявник ЧНУ імені Юрія Федьковича. – № u201310965; заявл. 13.09.13; опубл. 10.02.14, Бюл. № 3.

45. Патент № 84872 UA, МПК(2013.01), G01N 24/00. Застосування напівпровідникового кристала GaSe як термометричної речовини для термометра на основі ядерного квадрупольного резонансу / Хандожко В.О., Раранський М.Д., Ковалюк З.Д., Балазюк В.Н., Саміла А.П. Заявник ЧНУ імені Юрія Федьковича. – № u201302015; заявл. 18.02.13; опубл. 11.11.13, Бюл. № 21.

46. Патент № 82390 UA, МПК(2006) G01N 29/34. Процес реєстрації ультразвукових імпульсів у твердому тілі / Ковалюк З.Д., Хандожко В.О., Балазюк В.Н., Раранський М.Д., Саміла А.П. Заявник і власник ЧНУ ім. Ю.Федьковича. – №201303106; заявл.14.03.13; опубл. 25.07.13, Бюл. № 14.