

## Ядерно-резонансный магнитометр с текущей жидкостью для измерения слабых полей

© В.В. Давыдов, В.И. Дудкин, А.Ю. Карсеев

Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,  
195251 Санкт-Петербург, Россия  
email: Davydov\_vadim66@mail.ru

(Поступило в Редакцию 17 февраля 2014 г.)

Рассмотрен метод измерения слабых магнитных полей нутационным ядерно-магнитным магнитометром на текущей жидкости. Экспериментально и теоретически определены условия и технические требования как к различным элементам конструкции самого магнитометра, так и к параметрам текущей жидкой среды. Экспериментально исследованы предполагаемые рабочие жидкие среды. На чистой воде опробована работа измерительного зонда магнитометра. Определены дальнейшие направления по совершенствованию разработанного магнитометра и улучшения его точностных характеристик.

Прецизионные измерения слабых магнитных полей составляют быстро развивающийся раздел метрологии, находящий множество различных применений как в фундаментальных, так и прикладных исследованиях [1,2]. К магнитометрам, обеспечивающим эти измерения, предъявляют очень высокие требования по точности. Особенно, если они производятся в полях, близких к полю Земли, а в некоторых случаях и значительно ниже их [1,3,4].

Индукция магнитного поля Земли  $B_E$  составляет величину от 31 до 56  $\mu\text{T}$ . Для проведения таких измерений используются магнитометры различных типов: протонные, СКВИД, феррозондовые, цезиевые с оптической накачкой и т.д. Каждый из них обладает своими достоинствами и недостатками, которые определяют их применение при решении конкретных задач в измерении магнитных полей [5–7]. Наибольшее распространение и применение для проведения таких измерений получили квантовые магнитометры [1,5].

Но существует небольшой круг задач, где необходимо измерять слабое магнитное поле с высокой точностью в диапазоне от 10 до 1000 нТ. Например, для измерений индукции магнитных полей в диапазоне от 100 до 1000 нТ в космическом пространстве успешно применяется Ханле-магнитометр. Но Ханле-магнитометр имеет ряд недостатков, связанных с возможностью увеличения диапазона измерений магнитного поля (измерение магнитных полей с  $B < 100$  нТ), которые себя исчерпали, так как измерение магнитного поля в этом магнитометре осуществляется в пределах ширины линии регистрируемого оптического сигнала [8–10]. Кроме того, размер датчика для измерения магнитного поля в форме цилиндра составляет более 16 см в длину и 9 см в диаметре, что накладывает дополнительные ограничения по его использованию [11].

Особенно это становится актуально при измерении слабых магнитных полей для контроля качества ферромагнитных экранов с коэффициентом экранирования  $10^4$ – $10^5$ . Размеры таких экранов могут быть от 10 см до

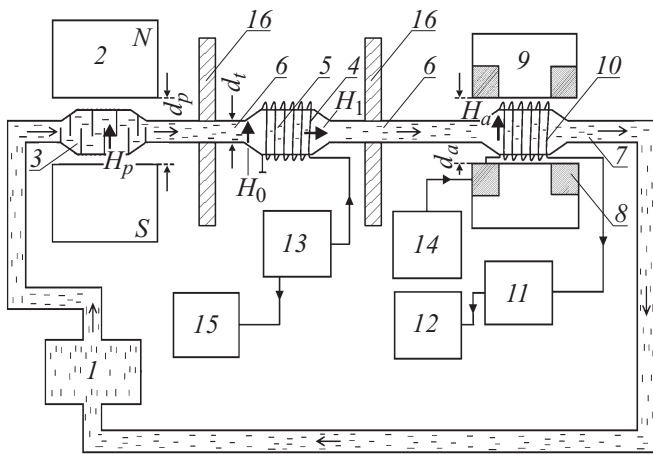
нескольких метров по трем измерениям (экранированная комната для измерения магнитных полей биологических объектов).

Феррозондовые магнитометры обладают также рядом недостатков [2,7], не позволяющих с необходимой точностью проводить контроль качества данных экранов.

Одним из возможных решений этой задачи является использование проточного нутационного ядерно-магнитного магнитометра. Данные магнитометры потенциально обладают высокой точностью (индукция магнитного поля определяется по частоте ядерного резонанса), не нуждаются в градуировке и просты в эксплуатации [7,12,13]. Высокие метрологические характеристики этого прибора позволили его ранее использовать в качестве первичного [14] и вторичного [14] средств измерений магнитной индукции. На основе нутационного тесламетра [16] был создан государственный специальный эталон единицы магнитной индукции [17].

Структурная схема разработанного нутационного ЯМР магнитометра для измерения магнитных полей с индукцией от 10 до 1000 нТ представлена на рис. 1. Текущая жидкость от помпы 1 по трубопроводу поступает в сосуд-поляризатор 3, расположенный в магнитной системе 2, создающей сильное магнитное поле в зазоре между полюсными наконечниками  $d_p = 15$  мм с индукцией  $B_p = 0.67$  Т. В этом сосуде жидкость намагничивается до значения  $M_p = \chi_0 H_p$  ( $\chi_0$  — статическая ядерная магнитная восприимчивость). В распоряжение авторов, к сожалению, имелась только такая магнитная конструкция. Но при изготовлении прибора чем выше будет значение поля  $B_p$ , тем выше будет отношение сигнал/шум (S/N) в схеме регистрации сигнала ЯМР.

Далее из сосуда-поляризатора текущая жидкость по соединительному участку трубопровода  $b$  с  $d_t = 1.5$  мм поступает в катушку нутации 4. В ней под действием радиополя  $H_1$  происходит изменение ориентации вектора намагниченности ядерных моментов  $M_p$  относительно направления постоянного магнитного поля  $H_p$ , а именно достигается инверсия намагниченности [7,8].



**Рис. 1.** Структурная схема нутационного ЯМР магнитометра: 1 — помпа, 2 — магнит-поляризатор, 3 — сосуд-поляризатор, 4 — катушка нутации, 5 — объем катушки нутации, 6 — соединительный участок трубопровода, 7 — сосуд-анализатор, 8 — катушка модуляции, 9 — магнит-анализатор, 10 — катушка регистрации, 11 — устройство регистрации сигнала ЯМР, 12 — осциллограф, 13, 14 — радиочастотные генераторы, 15 — частотомер, 16 — магнитный экран.

Это изменение ориентации вектора  $M_p$  после прохождения жидкостью соединительного участка трубопровода 6 фиксируется катушкой регистрации сигнала ЯМР 10 с использованием модуляционной методики [8,18–20]. Катушка регистрации располагается в поле магнита-анализатора 9 с  $B_a = 0.132$  Т, неоднородностью  $0.8 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1}$ ,  $d_a = 10$  mm. Частота модуляции поля магнита-анализатора  $f_m = 50$  Hz, амплитуда модулирующего поля значительно больше ширины линии магнитного резонанса.

Для регистрации сигнала ЯМР используют генератор слабых колебаний (автодин) [20]. Автодин размещен в устройстве регистрации 11 и настроен на регистрацию амплитудной модуляции собственных генерируемых высокочастотных колебаний в катушке регистрации с намагниченной текущей жидкостью. В этом случае амплитуда регистрируемого сигнала пропорциональна продольной компоненте намагниченности текущей жидкости. С выхода автодина сигнал ЯМР поступает в цифровой блок обработки сигнала. При исходном отношении сигнал/шум 1.2 в этом блоке происходит 100-кратное накопление сигнала ЯМР [21]. Период регистрируемого сигнала ЯМР при  $f_{\text{mod}} = 50$  Hz составляет 0.02 s, тогда время накопления  $t_n$  составит 2 s при  $f_{\text{mod}} = 5$  Hz  $t_n = 20$  s.

Амплитуда регистрируемого сигнала ЯМР зависит от угла поворота  $\theta$  вектора намагниченности в меридиональной плоскости, задаваемого импульсом радиочастотного поля в катушке нутации. Этот угол сохраняется на всем пути протекания жидкости до регистрирующего устройства, так как выполняется условие адиабатической теоремы. По мере движения жидкости от катушки

нутации до анализатора изменяется величина модуля вектора намагниченности за счет того, что релаксационные процессы в неоднородных магнитных полях между катушкой нутации и анализатором приводят к исчезновению поперечной компоненты. В случае, когда значение частоты  $\omega$  генератора 13, подключенного к катушке нутации, совпадает с частотой прецессии магнитного момента  $\omega_0 = \gamma H_0$ , а амплитуда подаваемого синусоидального колебания от генератора 13 на катушку нутации выбрана так, чтобы выполнялось условие  $\pi$ -импульса, амплитуда регистрируемого инвертируемого сигнала ЯМР будет максимальной. В этом случае измеряемое магнитное поле  $H_0$  вычисляется из соотношения [7,14–16]

$$\omega = \gamma H_0, \tag{1}$$

где  $\gamma$  — гиромагнитное отношение ядер.

В случае измерения слабого магнитного поля внутри ферромагнитного экрана ширина сигнала нутации будет определяться естественной шириной линии  $\Delta f_{\text{NMR}}$ , которая связана с временем поперечной релаксации  $T_2$  текущей жидкости следующим соотношением [22–24]:

$$T_2 = 2/\Delta f_{\text{NMR}}. \tag{2}$$

В соответствии с используемыми методиками [1–5,9,10] нижний предел измеряемого поля магнитометром не превышает величину  $\Delta f_{\text{NMR}}/\gamma$ . Из этого условия, а также с учетом (2) нами было установлено, что если нутационным ЯМР-магнитометром необходимо измерять поля с индукцией порядка 50 nT, то рабочая жидкость должна обладать временем поперечной релаксации  $T_2 > 2$  s.

На основании решения уравнений Блоха во вращающейся системе координат было получено условие максимального сигнала нутации [11,22,24]

$$\gamma H_1 \frac{V_n}{q} = \pi, \tag{3}$$

где  $V_n$  — объем катушки нутации 5 (рис. 1),  $q$  — расход жидкой среды.

Для описания процесса нутации вводят величину  $\Delta t = V_n/q$  — время действия радиополя  $H_1$  на сегмент жидкости в катушке нутации. Авторами было установлено, что для получения полной инверсии намагниченности в катушке нутации, необходимо выполнение следующего соотношения:

$$\Delta t > T_0, \tag{4}$$

где  $T_0 = 2\pi/\omega_0$  — период частоты прецессии.

При измерении слабых магнитных полей с  $B = 50$  nT в соответствии с (1) для протонных жидких сред  $T_0 = 0.476$  s.

Авторами было экспериментально установлено, что на расстоянии 1.5 m и более рассеянные магнитные поля поляризатора и анализатора не влияют на измеряемую величину индукции  $B$  магнитного поля. Поэтому с

**Таблица 1.** Значения констант релаксации и вязкостей фильтрованной водопроводной воды при разных температурах

$T, ^\circ\text{C}$	$T_1, \text{s}$	$T_2, \text{ms}$	$\eta, \text{mPa} \cdot \text{s}$
10.0	1.07	2.62	1.289
15.0	1.12	2.70	1.130
20.0	1.18	2.83	0.995
25.0	1.26	3.01	0.884
30.0	1.39	3.21	0.791
35.0	1.59	3.43	0.710
40.0	1.83	3.72	0.647

**Таблица 2.** Значения констант релаксации и вязкостей чистой воды при разных температурах

$T, ^\circ\text{C}$	$T_1, \text{s}$	$T_2, \text{ms}$	$\eta, \text{mPa} \cdot \text{s}$
10.0	3.48	1.81	1.315
15.0	3.54	1.87	1.136
20.0	3.61	1.97	1.006
25.0	3.71	2.15	0.891
30.0	3.84	2.33	0.658
35.0	4.01	2.57	0.716
40.0	4.19	2.82	0.553

**Таблица 3.** Значения констант релаксации и вязкостей гептана при разных температурах

$T, ^\circ\text{C}$	$T_1, \text{s}$	$T_2, \text{ms}$	$\eta, \text{mPa} \cdot \text{s}$
10.0	1.84	1.23	0.503
15.0	1.89	1.25	0.457
20.0	1.96	1.29	0.426
25.0	2.04	1.37	0.395
30.0	2.14	1.47	0.369
35.0	2.29	1.59	0.343
40.0	2.54	1.75	0.321

**Таблица 4.** Значения констант релаксации и вязкостей модифицированного раствора на основе глюксиданта ниобия (изготовлен в НТТУ КПИ) при разных температурах

$T, ^\circ\text{C}$	$T_1, \text{s}$	$T_2, \text{ms}$	$\eta, \text{mPa} \cdot \text{s}$
10.0	3.37	3.06	2.153
15.0	3.43	3.10	1.941
20.0	3.51	3.17	1.785
25.0	3.66	3.25	1.643
30.0	3.86	3.36	1.541
35.0	4.06	3.49	1.472
40.0	4.31	3.67	1.412

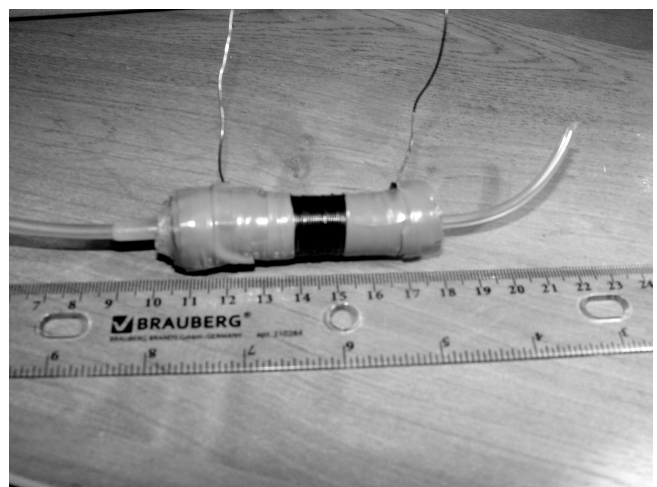
учетом этих расстояний (1.5 м и более) был экспериментально определен, учитывая релаксационные процессы при протекании жидкой среды от поляризатора до анализатора [7,11,12,24], диаметр соединительного участка

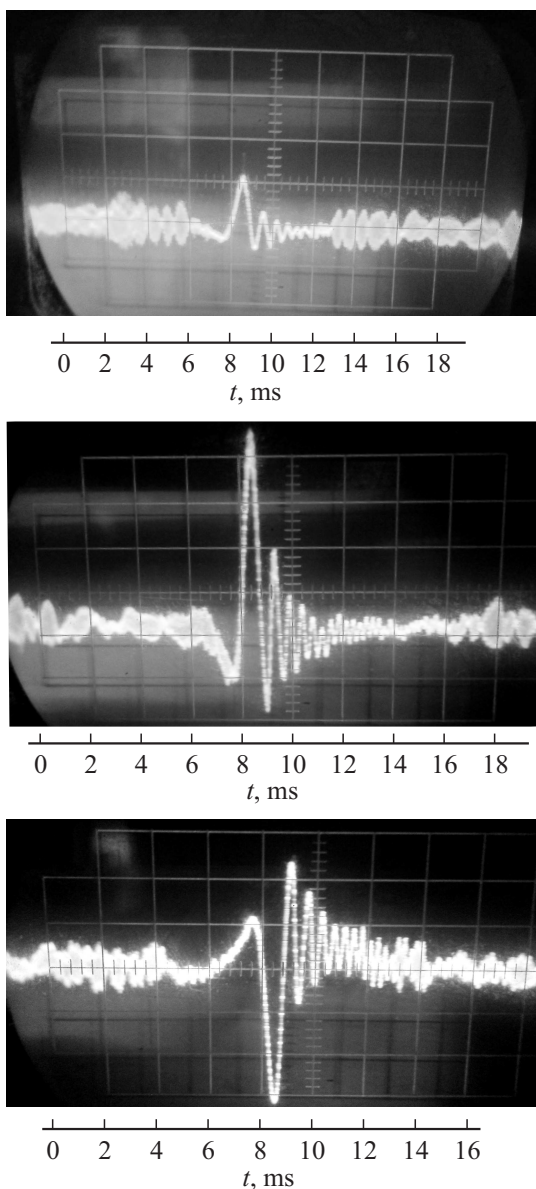
трубопровода  $d_t = 1.5 \text{ mm}$ . Длина каждого соединительного участка  $b$  составила 2000 мм для выполнения условия проведения измерений. Максимально допустимый расход жидкости  $q$ , который авторы смогли обеспечить в разработанном магнитометре на данном  $d_t$  составил 3.5 ml/s. В случае литой конструкции переходных соединений (неразборной) можно обеспечить  $q = 10 \text{ ml/s}$ . Исходя из проведенных авторами исследований, а также учитывая (1), (3), (4) и релаксационные процессы, было определено, что рабочая жидкость при температуре от 15 до 35°C должна обладать временем продольной релаксации  $T_1 > 7 \text{ s}$ .

В табл. 1–4 приведены результаты экспериментальных измерений констант релаксации жидких сред, которые возможно использовать в качестве рабочей жидкости в магнитометре. Гептан представлен в табл. 3, так его используют в протонных магнитометрах. На основании этих исследований установлено, что для измерения полей с  $B > 10 \text{ nT}$  подходят модифицированный раствор и чистая вода. Быстрое затухание сигнала ЯМР можно компенсировать использованием схемы накопления.

На рис. 2 представлен изготовленный измерительный зонд-сосуд с намотанной на него катушкой нутации [4] и участками соединительного трубопровода [6] (рис. 1). Диаметр трубопровода в зоне размещения катушки был увеличен до 18 мм, как в [23]. Объем катушки нутации  $V_n = 12.72 \text{ ml}$ . Сопротивление катушки нутации  $R_n = 1.38 \Omega$ , индуктивность  $L_n = 237 \mu\text{H}$ . Под параметры измерительного зонда и соединительных участков трубопровода был изготовлен сосуд-поляризатор  $V_p = 42 \text{ ml}$  [25].

На рис. 3 и 4 в качестве примера представлен регистрируемый сигнал ЯМР, полученный при подключении измерительного зонда. Измерительный зонд располагался внутри ферромагнитных экранов в нашей лаборатории с коэффициентом экранирования более  $10^3 \text{ s}$  (рис. 3) и более  $10^4 \text{ s}$  (рис. 4). В качестве рабочей

**Рис. 2.** Внешний вид катушки нутации с участками соединительных трубопроводов.



**Рис. 3.** Вид сигнала ЯМР в детекторе анализирующего устройства: *a* — без схемы накопления, *b* — с использованием схемы накопления, *c* — с инверсией намагниченности и схемой накопления на частоте генератора  $13 f = 2.114 \text{ Hz}$ . Частота модуляции  $f_m = 50 \text{ Hz}$ .

жидкости использовалась чистая вода с  $T_1 = 3.62 \text{ s}$  при  $T = 19.7^\circ\text{C}$ . Из рис. 3, *a* видно, что амплитуда ЯМР-сигнала невелика из-за проходящих релаксационных процессов. Поэтому для увеличения отношения сигнал/шум была использована схема накопления (100 накоплений). На рис. 3, *b* представлен сигнал ЯМР после накопления без инверсии намагниченности, а на рис. 3, *c* — с инверсией намагниченности на частоте  $13 f = 2.114 \text{ Hz}$ . Для определения магнитного поля внутри экрана было проведено 10 измерений частоты  $f$  с настройкой генератора  $13$  как по частоте  $f$ , так и по величине  $H_1$  на максимальную амплитуду регистрируемого инвертируемого сигнала ЯМР (рис. 3, *c*). Поле внутри экрана составило

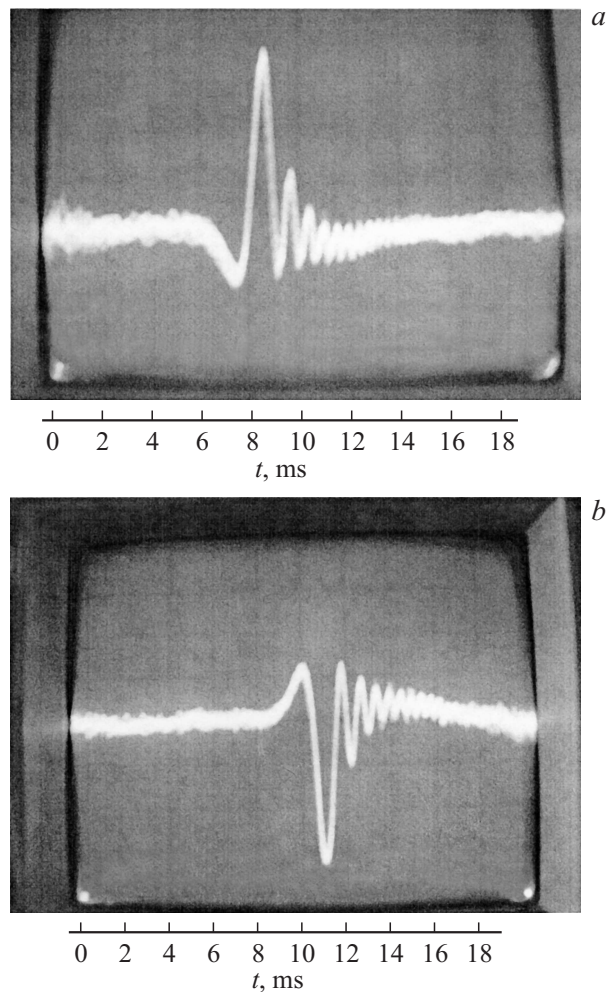
*a*

величину  $B_0 = 50.33 \pm 0.15 \text{ nT}$ . На рис. 4, *a* представлен сигнал ЯМР после схемы накопления без инверсии в экране другой конфигурации (в форме цилиндра) с коэффициентом экранирования более  $10^4$ , а на рис. 4, *b* — с инверсией намагниченности на частоте генератора  $13 f = 0.482 \text{ Hz}$ . Поле внутри экрана, измеренное таким же методом, как и в первом случае, составило величину  $B_0 = 11.47 \pm 0.07 \text{ nT}$ .

*b*

Полученные результаты показывают, что разработанный макет нутационного ЯМР-магнитометра пригоден для проведения измерения слабых магнитных полей, например, внутри ферромагнитного экрана. Погрешность измерений не превышает 0.65%. Но для более эффективного его применения (без использования схемы накопления) необходимо изготовить жидкую среду с  $T_1 > 9 \text{ s}$ ,  $T_2 > 4 \text{ s}$  и вязкостью  $\eta < 2.0 \cdot 10^{-3} \text{ Pa s}$  в диапазоне  $T$  от 15 до  $35^\circ\text{C}$ . А также увеличить значение  $B_p$  магнита-поляризатора, что улучшит отношение сигнал/шум регистрируемого сигнала ЯМР.

*c*



**Рис. 4.** Вид сигнала ЯМР в детекторе анализирующего устройства с использованием схемы накопления: *a* — без инверсии намагниченности, *b* — с инверсией намагниченности на частоте генератора  $13 f = 0.482 \text{ Hz}$ . Частота модуляции  $f_m = 50 \text{ Hz}$ .

Авторы благодарят академика РАН Е.Б. Александрова за искренний интерес к работе, обсуждение результатов, ценные замечания и рекомендации.

## Список литературы

- [1] Александров Е.Б., Вершовский А.К. // УФН. 2009. Т. 179. № 6. С. 605–637.
- [2] Головашкин А.И., Кузьмичев Н.Д., Славкин В.В. // ЖТФ. 2006. Т. 6. Вып. 3. С. 81–85.
- [3] Вершовский А.К., Александров Е.Б. // Оптика и спектроскопия. 2006. Т. 100. № 1. С. 23–25.
- [4] Александров Е.Б., Вершовский А.К., Пазгалев А.С. // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 7. С. 103–107.
- [5] Александров Е.Б., Балабас М.В., Вершовский А.К. и др. // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 1. С. 115–120.
- [6] Александров Е.Б. Исследования в области магнитных полей. Л.: 1978. 216 с.
- [7] Жерновой А.И. Измерение магнитных полей методом нутации. Л.: Энергия, 1979. 104 с.
- [8] Дудкин В.И., Пахомов Л.Н. Квантовая электроника. СПб.: Изд-во Политехнического ун-та, 2012. 496 с.
- [9] Померанцев Н.Н., Рыжков В.М., Скроцкий Г.В. Физические основы квантовой магнитометрии. М.: Наука, 1972. 286 с.
- [10] Блинов Е.В., Гинзбург Б.И., Житников Р.А., Кулешов П.П. // ЖТФ. 1984. Т. 54. Вып. 2. С. 287–292.
- [11] Николаев А.Н. // Матер. Междунар. науч. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых „Ломоносов“. Вып. 9. М.: МГУ, 2003. С. 256–258.
- [12] Давыдов В.В., Семенов В.В. // Приборы и техника эксперимента. 1999. № 3. С. 151–153.
- [13] Davydov V.V. // Contemp. Tech. Phys. J. Boston Phys. Soc. 1998. Vol. 9. N 3. P. 74–77.
- [14] ГОСТ 8.096-73. Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерения магнитной индукции.
- [15] ГОСТ 8.144-75. Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерения магнитной индукции в диапазоне 0.05–2 Тл.
- [16] Симонов В.М., Ягола В.К. // Измерительная техника. 1975. № 10. С. 76–77.
- [17] Ягола Г.К., Казанцев Ю.И., Симонов В.М. и др. // Измерительная техника. 1976. № 3. С. 52–53.
- [18] Мефед А.Е. // ЖЭТФ. 1984. Т. 86. № 1. С. 302–311.
- [19] Давыдов В.В., Карсеев А.Ю. // Петербургский журнал электроники. 2014. Т. 78. С. 89–91.
- [20] Давыдов В.В., Карсеев А.Ю. // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2013. Т. 86. № 4. С. 87–92.
- [21] Давыдов В.В., Карсеев А.Ю. // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2013. Т. 86. № 4. С. 87–92.
- [22] Давыдов В.В., Семенов В.В. // Радиотехника и электроника. 1999. Т. 44. № 12. С. 1528–1531.
- [23] Абрагам А. Ядерный магнетизм. М.: ИЛ, 1967. 686 с.
- [24] Бородин П.М., Мельников А.В., Морозов А.А., Чернышев Ю.С. Ядерный магнитный резонанс в земном поле. Л.: Изд-во Ленинградского ун-та, 1967. 232 с.
- [25] Давыдов В.В., Дудкин В.И., Карсеев А.Ю. // Известия вузов. Приборостроение. 2013. Т. 56. № 10. С. 64–68.