
**СИСТЕМНЫЙ АНАЛИЗ ПРИБОРОВ
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ МЕТОДИК**

УДК 537.623.3–022.532: 543.429.23

© А. И. Жерновой, С. В. Дьяченко, 2019

ИЗМЕРЕНИЕ НАМАГНИЧЕННОСТИ МАГНИТНОЙ ЖИДКОСТИ МЕТОДОМ ЯМР С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОДНОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ КАТУШКИ

В работе для измерения намагниченности магнитной жидкости предложен усовершенствованный метод ЯМР, в котором вместо двух измерительных катушек, как в ранее предложенном методе, используется одна катушка. При этом отсутствует систематическая погрешность, вызванная различием индукций внешнего магнитного поля в местах расположения двух измерительных катушек.

Кл. сл.: магнитная жидкость, намагниченность, методы измерения намагниченности с применением ЯМР

ВВЕДЕНИЕ

В работе предложен метод ЯМР с одной измерительной катушкой, в котором отсутствует систематическая погрешность измерений, вызванная неоднородностью внешнего магнитного поля.

В методе с двумя измерительными катушками [1] исследуемая магнитная жидкость помещается в два диэлектрических немагнитных цилиндрических контейнера, устанавливаемых параллельно друг другу во внешнем магнитном поле магнита, направленном перпендикулярно осям контейнеров и плоскости, проходящей через их оси. Вблизи боковых поверхностей контейнеров расположены две радиочастотные катушки для измерения магнитного поля методом ЯМР. У поверхности одного из цилиндров, где внешнее магнитное поле входит в контейнер, расположена измерительная катушка 1 ЯМР, а между контейнерами, где внешнее магнитное поле проходит по касательной к их поверхностям, расположена измерительная катушка 2 ЯМР. Принцип определения намагниченности магнитной жидкости основан на том, что резонансная частота f_1 в катушке 1 пропорциональна индукции магнитного поля B в магнитной жидкости, а резонансная частота f_2 в катушке 2 пропорциональна напряженности магнитного поля H в магнитной жидкости. По различию частот f_1 и f_2 можно определять намагниченность $M = (B / \mu_0 - H) = (f_1 - f_2) / \gamma$, где $\gamma = 53.4$ (кГц·м/А) — гиромагнитное отношение протонов, $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ (Гн/м) — магнитная постоянная.

ОПИСАНИЕ МЕТОДА ЯМР С ОДНОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ КАТУШКОЙ

Недостаток метода ЯМР с двумя измерительными катушками в том, что намагниченность определяется по разности частот f_1 и f_2 , измеряемых в разных участках магнитного поля магнита, которая зависит не только от намагниченности, но и от разности магнитных полей магнита в местах измерения частот f_1 и f_2 . Для того, чтобы избежать этого недостатка, нужно, чтобы частоты f_1 и f_2 измерялись в одной точке внешнего магнитного поля. Ниже описан датчик, позволяющий измерять частоты f_1 и f_2 в одной точке внешнего магнитного поля [2].

Измерение намагниченности M с поворотом образца

Измерение намагниченности M магнитной жидкости методом ЯМР основано на том, что если в магнетике имеется щель, расположенная нормально линиям магнитной индукции, то в ней магнитная индукция $B_1 = \mu_0 (H + M)$, а если щель расположена параллельно линиям магнитной индукции, то в ней магнитная индукция $B_2 = \mu_0 H$. Напряженность магнитного поля в щели $H = H_0 - k \cdot M$, где k — коэффициент размагничивания образца, зависящий от его формы и ориентации, а H_0 — напряженность создаваемого магнитом внешнего магнитного поля. Для измерения B_1 и B_2 одним датчиком ЯМР можно использовать образец магнетика с одной щелью, расположенной в его центре. Поставив катушку датчика ЯМР

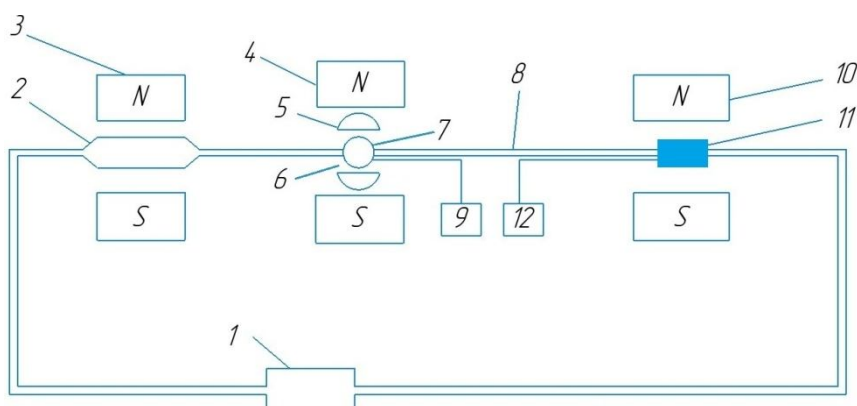


Рис. 1. Схема установки для измерения намагниченности магнитной жидкости с поворотом образца.

1 — водяной насос, 2 — кювета поляризатора, 3 — магнит поляризатора, 4 — электромагнит чувствительного элемента, 5 — контейнер образца, 6 — щель контейнера образца, 7 — измерительная катушка (катушка нутации), 8 — трубопровод, 9 — радиочастотный генератор, 10 — магнит анализатора, 11 — катушка регистрации сигнала ЯМР, 12 — прибор для регистрации сигнала ЯМР

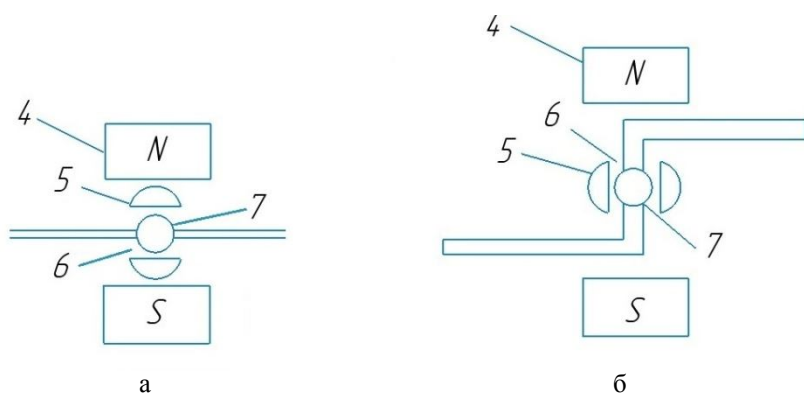


Рис. 2. Вид на чувствительный элемент при двух угловых положениях образца.

4 — электромагнит чувствительного элемента, 5 — контейнер образца, 6 — щель контейнера образца, 7 — измерительная катушка (катушка нутации).

а — щель расположена нормально индукции, б — щель расположена параллельно индукции

в точку щели, которая не сдвигается при повороте образца магнетика на 90° относительно направления индукции внешнего магнитного поля, можно одной катушкой измерять и B_1 , и B_2 .

Измерение намагниченности M без поворота образца

Резонансная частота ЯМР в датчике, расположенном в центре щели, при отсутствии образца с исследуемым магнетиком $f_0 = \gamma B_0 / \mu_0$, где B_0 — индукция внешнего магнитного поля в точке расположения датчика. После установки исследуемого образца на штатное место в поле B_0 в зависимости от ориентации щели резонансная частота ЯМР равна $f_1 = \gamma (B_0 / \mu_0 - k \cdot M)$, если щель параллельна B_0 , или $f_2 = \gamma (B_0 / \mu_0 + M)$, если щель нормальна B_0 . Намагниченность можно определить по формулам $M = (f_2 - f_0) / \gamma$ или $M = (f_1 - f_0) / k \cdot \gamma$.

УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ НАМАГНИЧЕННОСТИ МАГНИТНОЙ ЖИДКОСТИ МЕТОДОМ ЯМР С ОДНОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ КАТУШКОЙ

Методы с поворотом и без поворота образца основаны на измерении индукций магнитного поля B_1 и B_2 в щели внутри магнетика, когда щель ориентирована нормально (индукция поля в щели равна B_1) или параллельно (индукция поля в щели равна B_2) индукции внешнего магнитного поля B , в которое помещен исследуемый магнетик. Так как магнитные поля B_1 и B_2 могут быть неоднородными и при получении кривых намагничивания должны меняться в широком диапазоне, для их измерения применен не классический метод ЯМР с регистрацией сигнала абсорбции или индукции, а метод косвенной регистрации совпаде-

ния подаваемой от генератора радиочастоты f с частотой ядерного магнитного резонанса (метод нутации). Схема установки приведена на рис. 1 и 2. Рабочая жидкость, в качестве которой использована вода, под действием помпы 1 протекает через поляризатор, представляющий собой кювету 2, расположенную между полюсами постоянного магнита 3, где приобретает протонную намагниченность J . Из поляризатора намагниченная вода поступает в первичный преобразователь (датчик), представляющий собой электромагнит 4, в межполюсном пространстве которого располагается цилиндрический образец 5 исследуемого магнетика, имеющий щель 6, в которой находится радиочастотная катушка нутации 7, через которую проходит трубка 8, транспортирующая рабочую жидкость из кюветы 2 поляризатора в магнит анализатора 10, куда рабочая жидкость поступает из катушки нутации 7 датчика. К катушке нутации 7 присоединен радиочастотный генератор 9. При совпадении его частоты с частотой ЯМР в области расположения катушки 7 в поле магнита 4, в протекающей внутри катушки 7 по трубке 8 жидкости происходит инверсия намагниченности J протонов относительно направления индукции магнитного поля магнита 4. Для регистрации инверсии намагниченности J служит анализатор, содержащий магнит 10 с однородным полем, в котором располагается радиочастотная катушка 11, присоединенная к серийному прибору 12 для регистрации сигнала ЯМР методом абсорбции. Амплитуда сигнала ЯМР на приборе 12 пропорциональна намагниченности J протонов в жидкости, вытекающей из катушки нутации 7. В результате явление ЯМР в катушке нутации 7 можно регистрировать по инверсии сигнала на выходе прибора 12. Выйдя из анализатора, рабочая жидкость через помпу 1 вновь поступает в поляризатор, где ее протонная намагниченность J восстанавливается. Для измерения одной катушкой нутации 7 индукций B_1 и B_2 предусмотрен поворот образца 5 на 90° вокруг оси катушки 7. При этом щель 6 меняет на 90° свою ориентацию относительно направления индукции поля электромагнита 4. Два положения образца 5, щели 6, и трубки, проходящей через катушку 7, относительно магнита 4 изображены на рис. 2 (а и б).

Измерение намагниченности магнитной жидкости методом ЯМР на установке с одной измерительной катушкой с поворотом образца

1. Включается прибор 12 и на его выходе регистрируется сигнал ЯМР с амплитудой A_1 , пропорциональной протонной намагниченности J_1 в жидкости, протекающей через радиочастотную катушку 11.
2. Исследуемый магнетик (магнитная жидкость

или порошок суперпарамагнетика) помещается в контейнер, имеющий щель 6, в которой расположена катушка нутации 7. Контейнер устанавливается в межполюсное пространство электромагнита 4 в положение, когда щель контейнера ориентирована нормально, как на рис. 1 и 2, а, индукции магнитного поля магнита 4.

3. Устанавливается требуемая магнитная индукция B_0 в зазоре электромагнита 4.
4. Включается радиочастотный генератор 9 и подбирается его частота f_1 , при которой амплитуда сигнала ЯМР A на выходе прибора 12 уменьшается или меняет полярность. Генератор 9 выключается.
5. Контейнер с образцом 5 поворачивается на 90° так, чтобы щель была ориентирована параллельно индукции магнитного поля электромагнита, как на рис. 2, б.
6. Включается радиочастотный генератор 9 и подбирается его частота f_2 , при которой амплитуда сигнала ЯМР A на выходе прибора 12 уменьшается или меняет полярность. Генератор 7 выключается.
7. Намагниченность определяется по формуле $M = (f_1 - f_2) / \gamma$.

Измерение намагниченности магнитной жидкости методом ЯМР на установке с одной измерительной катушкой без поворота образца

1. Включается прибор 12 и на его выходе регистрируется сигнал ЯМР с амплитудой A_1 пропорциональной протонной намагниченности J_1 в жидкости, протекающей через приемную радиочастотную катушку 11.
2. Устанавливается требуемая магнитная индукция B_0 в зазоре электромагнита 4.
3. Включается радиочастотный генератор 9 и подбирается его частота f_0 , при которой амплитуда A сигнала ЯМР на выходе прибора 12 уменьшается или меняет полярность. Генератор 9 выключается.
4. Исследуемый магнетик (магнитная жидкость или порошок суперпарамагнетика) помещается в контейнер, имеющий щель, в которой расположена катушка нутации. Контейнер устанавливается в межполюсное пространство электромагнита 4 в положение, при котором щель контейнера ориентирована параллельно индукции магнитного поля магнита.
5. Включается радиочастотный генератор 9 и подбирается его частота f_1 , при которой амплитуда A сигнала ЯМР на выходе прибора 12 уменьшается или меняет полярность. Генератор 9 выключается.
6. Намагниченность определяется по формуле $M = (f_0 - f_1) / (k \cdot \gamma)$, где для цилиндрического контейнера $k = 0.5$.

ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ ПОГРЕШНОСТЕЙ ИЗМЕРЕНИЯ НАМАГНИЧЕННОСТИ МАГНИТНОЙ ЖИДКОСТИ МЕТОДОМ ЯМР

В методе с двумя измерительными катушками основная погрешность связана с различием индукций внешнего магнитного поля в 1-й и 2-й катушках нутации. Для устранения этой систематической погрешности в формулу для намагниченности нужно подставлять не разность частот ЯМР в катушках 1 и 2, а разность изменений этих частот при заполнении контейнера магнетиком. Это затрудняет автоматизацию измерений намагниченности. В методе с одной измерительной катушкой эта погрешность, вызванная неоднородностью внешнего магнитного поля, отсутствует, поэтому основной является случайная погрешность, вызванная неточностью измерения частоты ЯМР в датчике нутации. Эта случайная погрешность пропорциональна ширине сигнала нутации и обратно пропорциональна отношению амплитуды сигнала ЯМР к шуму на выходе прибора 12. Ее можно уменьшать накоплением сигнала ЯМР.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Жерновой А.И., Наумов В.Н., Рудаков Ю.Р. Получение кривой намагничивания магнитной жидкости путем нахождения намагниченности и намагничивающего поля методом ЯМР // Научное приборостроение. 2009. Т. 19, № 3. С. 57–61.
URL: <http://iairas.ru/mag/2009/full3/Art8.pdf>
2. Жерновой А.И. Способ измерения намагниченности магнитной жидкости. Патент РФ № 2625147, дата гос. регистрации 17.07.2017.

Санкт-Петербургский государственный технологический институт (Технический университет), Санкт-Петербург

Контакты: Жерновой Александр Иванович,
azhspb@rambler.ru

Материал поступил в редакцию 22.10.2018

A MEASUREMENT OF A MAGNETIC LIQUID MAGNETIZATION BY NMR METHOD WITH ONE MEASURING BOBBIN

A. I. Zhernovoy, S. V. Dyachenko

Saint-Petersburg State Institute of Technology (Technical University), Saint-Petersburg, Russia

A new nuclear magnetic resonance method for magnetic liquid magnetization measurement is proposed in the article. The only coil was employed in NMR magnetometer instead of earlier used two coils which were a source of error due to field difference within the coils.

Keywords: magnetic liquid, magnetization, method NMR with two and one measuring bobbins

REFERENCES

1. Zhernovoy A.I., Naumov V.N., Rudakov Yu.R. [Paramagnetic nanoglobules dispersion curve definition via magnetization and magnetizable field using NMR method]. *Nauchnoe Priboroostroenie* [Scientific Instrumentation], 2009, vol. 19, no. 3, pp. 57–61. URL: <http://iairas.ru/en/mag/2009/full3/Art8.pdf> (In Russ.).
2. Zhernovoy A.I. *Sposob izmereniya namagnichennosti magnitnoj zhidkosti* [Way of measurement of magnetization of magnetic liquid]. Patent RF no. 2625147. Prioritet 17.07.2017. (In Russ.).

Contacts: *Zhernovoy Aleksandr Ivanovich*,
azhspsb@rambler.ru

Article received in edition 22.10.2018