

Спектрометр электронного парамагнитного резонанса ВИГТ.421400.012

Техническое описание

1. Назначение

Спектрометр электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) предназначен для измерения зависимости величины поглощения СВЧ-излучения веществом, содержащим парамагнитные частицы, от индукции постоянного магнитного поля.

2. Технические данные

№ п/п	Наименование параметра	Значение параметра
1	Рабочая частота	9,3 ... 9,6ГГц
2	Мощность СВЧ-генератора, не менее	0,1Вт
3	Минимальная индукция магнитного поля, не более	3050Гс
4	Максимальная индукция магнитного поля, не менее	3750Гс
5	Диапазон перестройки магнитного поля, не менее	700Гс
6	Ширина зазора магнитной системы	22,5мм
7	Диаметр полюсных наконечников	90мм
8	Период перестройки магнитного поля - в режиме управления от блока регистрации БР - в режиме управления от ПЭВМ	30сек, 120сек, 240сек, ручная регулировка задается пользователем в пределах 30сек - 2часа
9	Чувствительность	5×10^{-12} моль ДФПГ
10	Стабильность резонансных условий	2×10^{-5} час ⁻¹
11	СВЧ-резонатор - диаметр - высота - диаметр отверстий для введения исслед. материалов	E110 38,5мм 15мм не менее 9мм
12	Условия эксплуатации	от +10 до +45°С.
13	Источник питания	сеть 220В, 50Гц
14	Связь спектрометра с персональным компьютером	интерфейс RS232C, предусмотрена гальваническая развязка

Измерительной ячейкой спектрометра является СВЧ резонатор, который установлен в зазоре между полюсами электромагнита, а исследуемое вещество в диэлектрической ампуле вводится в центр резонатора через отверстие в его боковой стенке. Соосно этому отверстию в резонаторе выполнено второе отверстие таким образом, что через оба отверстия и центр резонатора может быть пропущена трубка, что позволяет контролировать вещества в потоке.

Для калибровки измерений используется навеска дифенилпикрилгидразида (ДФПГ), устанавливаемая в резонаторе на конце фторопластового стержня (винта). Перемещением винта можно регулировать связь эталонного образца с полем резонатора.

Управление спектрометром, регистрация и обработка результатов измерений производятся с помощью персонального компьютера (ПЭВМ) с ОС Windows 95 OSR2 или выше. Программное обеспечение включает в себя программу “EPR5g.exe” и файл настроек “EPR4.reg”. Результаты измерений выводятся в виде графиков спектра ЭПР. В программе предусмотрена возможность усреднения и накопления спектров, сохранение спектров и вывод их на печать.

1. Устройство и работа спектрометра

Спектрометр состоит из трех блоков:

1. измерительный модуль (ИМ) ВИГТ.421410.012;
2. блок управления и модуляции магнитного поля (БУММП) ВИГТ.421410.001;
3. блок регистрации и управления режимами спектрометра (БР) ВИГТ.421410.002.

Спектрометр через адаптер с гальванической развязкой, входящий в состав блока БР, подключается к персональному компьютеру (ПЭВМ).

Схема соединений блоков между собой и с ПЭВМ приведена в Приложении 1. Функциональная схема спектрометра приведена в Приложении 2.

Измерительный модуль включает в себя магнитную систему, СВЧ тракт, блок БУГ-ПУ (управления генератором и предварительного усиления), а также индикатор мощности.

СВЧ тракт содержит СВЧ резонатор, СВЧ генератор, а также направленный ответвитель с детекторной секцией и согласованную нагрузку.

Магнитная система - комбинированная, содержит постоянные самарий-кобальтовые магниты и катушки электромагнита, установленные на стальных полюсных наконечниках. При регулировании тока в катушках от 0 до 5А индукция магнитного поля в зазоре между полюсными наконечниками меняется от 3000 до 3800Гс. СВЧ резонатор установлен в указанном зазоре.

Резонатор цилиндрический, причем ось цилиндра совпадает с вектором индукции поля магнитной системы. Окно связи резонатора с СВЧ генератором выполнено таким образом, что вектор СВЧ-магнитного поля возбуждаемых колебаний E110 был ортогонален постоянному магнитному полю и совпадал с осью ампулы, вводимой в резонатор.

Боковые поверхности резонатора образованы пластинами из поликора, металлизированными пленкой серебра толщиной в несколько микрон. На внешней стороне пластин

размещены плоские спиральные катушки, обеспечивающие модуляцию магнитного поля с амплитудой до 10Гс при частоте 100кГц.

Конструкция рассматриваемого СВЧ тракта имеет следующую особенность: генератор непосредственно подключен к резонатору и частота генерации определяется собственной частотой резонатора. Такое решение, при котором резонатор фактически является частью генератора, позволило исключить обычно применяемую систему поиска и автоматической подстройки частоты генератора под частоту резонатора.

Для увеличения связи СВЧ-генератора с резонатором ко второму выходу генератора подключена согласованная нагрузка. Нагрузка подключается или непосредственно или через направленный ответвитель с СВЧ детектором. Выходной сигнал детектора подается на индикатор мощности «Uдет», что позволяет контролировать работу СВЧ-генератора (его мощность).

Из-за сильной связи диода Ганна с резонатором изменение параметров резонатора, в том числе вызванное поглощением СВЧ мощности при ЭПР, приводит к изменению напряжения и тока диода Ганна (автоиндентный эффект). Благодаря этому эффекту на обмотках ВЧ трансформатора, включенного последовательно с диодом Ганна, формируется напряжение с частотой, равной частоте модуляции магнитного поля, и амплитудой, пропорциональной производной от кривой поглощения СВЧ-сигнала. Снимаемый с вторичной обмотки ВЧ трансформатора сигнал усиливается предварительным усилителем и с выхода "СПЕКТР" блока БУГ-ПУ подается на "ВХОД СПЕКТРА" блока регистрации БР.

В блоке БР сигнал спектра (частотой 100кГц) усиливается и с помощью синхронного детектора и фильтра низких частот (ФНЧ) выделяется его огибающая. В выходном сигнале синхронного детектора кроме сигнала спектра содержится постоянная составляющая, обусловленная наводками электромагнитного поля 100кГц на цепи диода Ганна. Компенсация (подавление) этой составляющей производится напряжением, снимаемым или с подстроечного резистора «Корр >0<» (для ручного режима управления коррекцией нулевого уровня) или с выхода ЦАП коррекции (для режима коррекции «Авт» с управлением от ПЭВМ).

Далее сигнал усиливается, причем коэффициент усиления устанавливается процессором и может быть задан как с панели блока БР, так и от ПЭВМ. В аналого-цифровом преобразователе (АЦП) усиленный сигнал оцифровывается и передается в процессор на предварительную обработку.

Весь диапазон перестройки магнитного поля разбит на дискреты с номерами от 0 до 65520. Для каждого дискрета определяется значение спектра (напряжение на входе АЦП) и

оба эти параметра - номер дискрета и значение напряжения - передаются в ПЭВМ через адаптер по интерфейсу RS232.

Управление разверткой магнитного поля может производиться как от ПЭВМ, так и в ручном режиме с помощью переменного резистора «Развертка». Напряжение развертки, соответствующее номеру дискрета поля, формируется ЦАП развертки и с «Выхода управл. разверткой» блока БР подается на «Вход управл.» блока БУММП.

Источник постоянного тока в блоке БУММП формирует в катушках электромагнита постоянный ток, пропорциональный напряжению развертки, причем ток не зависит от сопротивления катушек, изменяющегося при их нагреве, чем обеспечивается стабильность поля магнитной системы.

Также в блоке БУММП расположен источник тока модуляции частотой 100кГц, задаваемой кварцевым генератором. Схема этого источника построена так, что выставленное потенциометром "Ток модуляции 100кГц-Уровень" значение тока в плоских спиральных катушках не зависит от параметров этих катушек. Для контроля работы генератора 100кГц служит мигающий светодиод на передней панели БУММП. Формируемый генератором 100кГц сигнал подается также с «Выхода синхр.» блока БУММП на «Вход синхр.» блока БР для формирования опорного сигнала синхронного детектора.

4. Органы управления и регулировки

4.1. Блок управления и модуляции магнитного поля (БУММП) ВИГТ.421410.001

4.1.1. Потенциометр «Ток модуляции 100кГц - Уровень» предназначен для регулировки амплитуды тока модуляции в плоских спиральных катушках, расположенных на резонаторе. Контроль выставленного значения тока может производиться как по стрелочному индикатору на передней панели блока, так и по показаниям АЦП, отображаемым на мониторе.

Для измерения амплитуды сигнала с помощью АЦП, входящего в состав блока БР, необходимо сигнал с выхода «Контроль Ток модуляции 100кГц» блока БУММП подать на разъем «Вход АЦП» блока БР.

4.2. Блок регистрации (БР) ВИГТ.421410.002

4.2.1. Переключатель «Спектр Усиление» предназначен для регулировки усиления выходного каскада спектрометра в диапазоне от 1 до 200. При установке переключателя в положение «ПЭВМ» коэффициент усиления задается персональным компьютером.

4.2.2. Тумблер «Развертка ПЭВМ-Ручн» предназначен для задания режима управления скоростью развертки: в положении «ПЭВМ» - развертка осуществляется от компьютера, а в положении «Ручн» - с передней панели блока с помощью переключателя «Развертка».

4.2.3. Переключатель «Развертка» предназначен для ручного управления скоростью развертки. Для облегчения точной настройки на выбранное значение магнитного поля в качестве переключателя использован переменный резистор.

С помощью переключателя время развертки (время перестройки поля электромагнита от 0 до максимального значения, составляющего около 800Э) может быть установлено на следующие значения: «30сек», «2мин», «4мин». В положении «Стоп» обеспечивается фиксация поля, а в положении «-4мин» - перестройка поля со скоростью 800Э за 4мин в обратную сторону.

4.2.4. Подстроечный резистор «Корр >0< » и расположенный рядом тумблер «Авт-Ручн» предназначены для корректировки нулевого уровня спектра. Управление нулевым уровнем от компьютера обеспечивается в положении тумблера «Авт». В положении «Ручн» коррекция производится с помощью резистора.

4.3. Блок управления генератором и предварительного усиления (БУГ-ПУ) ВИГТ.421410.003 (входит в состав измерительного модуля ВИГТ.421410.012)

4.3.1. На передней панели блока под стрелочным индикатором расположен подстроечный резистор «Удг Питание» и тумблер «Удг - I». С помощью резистора можно регулировать напряжение питания диода Ганна, а тумблер позволяет переключать стрелочный индикатор в режимы измерения напряжения и тока диода Ганна.

5. Порядок включения и работы со спектрометром ЭПР

5.1. Установить блоки спектрометра на неподвижном основании и соединить их кабелями согласно Схеме соединений ВИГТ.421400.012. Выполнить заземление блоков БР и БУММП: соединить соответствующие контакты, расположенные на задних панелях указанных блоков, с шиной заземления. Подключить выход «ПЭВМ» блока БР к СОМ-порту персонального компьютера. Подключить блоки БР, БУММП и персональный компьютер к сети 220В 50Гц.

5.2. Включить персональный компьютер, загрузить программу «EPR5g.exe». В меню «Настройка» указать выбранный СОМ-порт. Убедиться, что программа находится в режиме «Прием».

5.3. Включить клавиши «Сеть» блоков БР и БУММП.

5.4. Убедиться, что в резонатор введена полиэтиленовая пробирка с эталонным образцом, либо резонатор пуст.

5.5. Проконтролировать по стрелочному прибору блока БУГ-ПУ (блок управления генератором и предварительного усиления расположен на раме измерительного модуля) напряжение и ток диода Ганна.

(Для диода Ганна типа АА715А, АА715В номинальное напряжение составляет около 11В, рабочий ток - 0,8...0,9А. Для диода Ганна типа ЗА754Д напряжение - 10...11В, ток 0,25...0,32А.)

5.6. Проверить наличие СВЧ генерации по второму стрелочному прибору измерительного модуля. Убедиться, что показания «Удет» составляют не менее 50% от шкалы прибора.

Примечание.

а). Данное требование должно выполняться при введении в резонатор «сухих» материалов или для незаполненного резонатора. При введении в резонатор водных растворов показания «Удет» могут снизиться в несколько раз.

б). Показания «Удет» близкие или равные нулю означают, что генерация отсутствует или частота генерации вышла за пределы рабочего диапазона частот. В этом случае следует перезапустить генератор СВЧ путем выключения и повторного включения сетевого питания блока БР.

5.7. Проконтролировать работу источника тока модуляции 100кГц по периодическому миганию светодиода и по показаниям соответствующего измерителя тока модуляции на передней панели блока БУММП. Для контроля работы спектрометра рекомендуется выставить значение тока модуляции около 1А.

5.8. Выставить диапазон перестройки магнитного поля.

При первом включении спектрометра диапазон перестройки следует выставить на максимум командой «Расширить диапазон перестройки до максимума» из меню «Развертка». *Примечание. В отсутствии связи с компьютером максимальный диапазон выставляется автоматически.*

5.9. Выставить скорость перестройки магнитного поля.

При первом включении спектрометра скорость перестройки следует выставить на максимум, т.е. установить время перестройки на 30сек. Это можно сделать как для ручного режима управления (тумблер «Развертка ПЭВМ - Ручн» в нижнем положении) с помощью переключателя «Развертка», так и для режима управления от ПЭВМ - в соответствующем окне программы.

5.10. Выставить коэффициент усиления выходного каскада спектрометра.

При первом включении спектрометра следует установить коэффициент усиления равным 20. Это можно сделать как для режима управления усилением от ПЭВМ (переключатель «Спектр Усиление» в положении «ПЭВМ»), так и для режима ручного управления усилением.

5.11. Прогреть спектрометр в течение не менее 20 мин, затем произвести корректировку нулевого уровня спектра. Это можно сделать как в ручном режиме управления (тумблер «Авт-Ручн» в положении «Ручн») с помощью подстроечного резистора «Корр >0< », так и в режиме управления от компьютера (тумблер «Авт-Ручн» в положении «Авт») - в соответствующем окне программы.

5.12. Убедиться в наличии сигнала ЭПР характерной формы от эталонного образца или от навески ДФПГ, введенной внутрь резонатора на конце фторопластового стержня.

5.13. Ввести в резонатор образец исследуемого вещества.

5.14. Получить спектр на экране. Установить необходимые параметры развертки, усиления, масштаб экрана. При измерении слабых образцов для увеличения отношения сигнал/шум ввести усреднение и / или накопление.

5.15. Произвести измерение.

5.16. Перейти в режим «Анализ». Подвести визеры к характерным точкам снятого спектра.

Сохранить спектр на диске. При необходимости - вывести на принтер.

Для анализа полученных спектров на других компьютерах следует переписать файл снятого спектра и программу «EPR5g.exe».

При первом запуске программы «EPR5g.exe» на новом компьютере, подключенном к спектрометру, необходимо файл настроек объединить с системным реестром компьютера. Для этого необходимо левой кнопкой мыши щелкнуть по файлу «EPR4.reg» двойным щелчком и положительно ответить на вопрос системы (или щелкнуть правой кнопкой мыши и в появившемся контекстном меню выбрать пункт «Слияние» / «Объединить» и так же ответить на вопросы системы). После ответа на вопросы программа будет готова к работе и может быть запущена из любого места.