

Н.В. Волков, С.А. Трофимов, В.С. Цикалов, Е.В. Еремин, О.А. Масленников

ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ ЭПР МАГНИТОМЕТР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГЕОМАГНИТНОГО ПОЛЯ ЗЕМЛИ: НОВЫЕ РЕШЕНИЯ¹

Разработана конструкция компактного высокочувствительного магнитометра для измерения геомагнитного поля Земли и его вариаций. В магнитометре применены новые технические решения, улучшающие его характеристики по сравнению с приборами предыдущего поколения. В статье приведено описание конструкции магнитометра, основных электронных блоков прибора, программного обеспечения. Приводятся результаты испытаний опытного экземпляра прибора, его основные характеристики.

Ключевые слова: ЭПР магнитометр, измерение слабых магнитных полей

Введение

Магнитометрическая аппаратура, предназначенная для измерения слабых магнитных полей с точностью до единиц нанотесла (нТл) и выше имеет очень широкий круг применений и в различных областях науки и техники [1]. Первоначально измерители слабых магнитных полей предназначались для исследования магнитного поля Земли в интересах науки о земном магнетизме и изучения геологических особенностей земной коры. Первые исследования сделали очевидным тот факт, что измерители слабых магнитных полей могут оказаться полезными для геологических целей поиска минеральных ресурсов. И, действительно, магнитометрическая аппаратура в сочетании со специально разработанными методиками широко используется в геолого-разведке для целей поиска полезных ископаемых как на земле, так и на море. Этим конечно не ограничивается применение измерителей слабых магнитных полей. Перечислим еще некоторые области, где магнитометрическая аппаратура уже интенсивно и успешно применяется или имеет благоприятные перспективы практического применения. Весьма актуальными являются работы, связанные с возможностью прогнозировать землетрясения по характерному поведению магнитного поля Земли. Успешно разрабатывались и изготавливались трехкомпонентные магнитометры для систем стабилизации и ориентации космических аппаратов. Велись и ведутся работы по военной геофизике, связанные с обнаружением ядерных взрывов в любой точке земного шара, измерениями магнитных полей в Мировом океане в целях картосоставления, в интересах автономной навигации подводных лодок в подводном положении, поиском на дне морей затанувших кораблей и других объектов военной техники, обеспечения использования оружия и других технических средств. Есть интерес к возможности использования высокочувствительных магнитометров в качестве антенн для связи на сверхдлинных волнах.

Таким образом, создание и применение магнитометрической аппаратуры для исследования слабых магнитных полей является весьма актуальной задачей. В настоящей работе описана конструкция трехкомпонентного магнитометра слабых магнитных полей, работающего на принципах электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Главное внимание уделено обсуждению новых решений, примененных при разработке магнитометра, которые позволили существенно улучшить основные характеристики прибора. Конечно, нужно отметить, что магнитометры, работающие на принципах ЭПР, создавались и ранее, но

¹ Работа выполнена при финансовой поддержке КГАУ «Красноярский краевой фонд поддержки научной и научно-технической деятельности» (Доп. соглашение № 01/10 от « 01 » июня 2010 г)

многие задачи оказывались тогда не решенными до конца. Среди них: температурная нестабильность; невысокая чувствительность, определяемая выбором рабочего вещества датчика; несовершенная элементная база, не позволявшая реализовать необходимые схемные решения, отсутствие компактного блока сбора, обработки и индикации данных измерений. Цель настоящей работы – попытаться решить, по крайней мере, часть этих проблем и создать магнитометр с приемлемыми характеристиками, простой в обращении и с невысокой стоимостью.

1. Принцип работы и основные элементы ЭПР магнитометра

Электронный парамагнитный резонанс – переход электронов под действием электромагнитного излучения между электронными Зеемановскими подуровнями, расщепленными во внешнем магнитном поле. Энергия радиочастотного поля поглощается электроном, и происходит перераспределение населенностей уровней в сторону их выравнивания. Резонансная частота для свободного электрона – $\omega = g\mu_B H / \hbar = 2.8 \cdot 10^6 \cdot H$ Гц (g – фактор спектроскопического расщепления, μ_B – магнетон Бора, \hbar – постоянная Планка). ЭПР наблюдается в веществах, содержащих неспаренные электроны. Поглощение энергии при резонансе можно обнаружить с помощью соответствующих индикаторов. Поглощение, как функция медленно меняющегося поля H , представляет собой резонансную кривую с максимумом при $\omega = \omega_0$. Ширина линии ЭПР обусловлена внутренними взаимодействиями и является важной характеристикой вещества. Хорошо известно, что условия, в которых наблюдение электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) наиболее благоприятно – магнитное поле $H \sim 3$ кЭ и частота электромагнитного излучения $\omega/2\pi \sim 9$ ГГц. При уменьшении внешнего магнитного поля уменьшается расщепление Зеемановских уровней энергии электрона и снижается отношение их заселенностей. Это ведет к снижению уровня сигнала ЭПР. В полях близких к земному полю условия для наблюдения резонанса ухудшаются в этом отношении примерно на три порядка. Это требует значительного увеличения чувствительности аппаратуры, увеличение объема образца или концентрации парамагнитных центров в образце.

Детальный анализ возможных подходов к построению ЭПР-магнитометров показывает, что наиболее предпочтительным вариантом решения задачи является использование компенсационного метода измерения, суть которого заключается в следующем. Линия поглощения магнитного резонанса есть чётная функция поля, т.е. знак кривой поглощения не меняется при изменении знака магнитного поля. Если образец, дающий сигналы ЭПР, поместить в переменное (например, синусоидальное) магнитное поле, то в отсутствие постоянной составляющей сигнала ЭПР, получаемые на выходе датчика (автодинного детектора), будут содержать только чётные гармоники основной частоты модуляции переменного поля, а составляющих частоты в спектре сигнала не будет. В присутствии слабого постоянного внешнего поля, например, поля Земли, симметрия кривой поглощения нарушается и сигнал будет содержать составляющую частоты (первую гармонику). При использовании фазового (синхронного) детектирования на частоте $f_{\text{мод}}$, на выходе синхронного детектора появляется напряжение, пропорциональное напряжённости внешнего магнитного поля, а его знак определяется знаком (относительно нулевого) внешнего магнитного поля. Это напряжение после соответствующего усиления подаётся на ту же катушку, которая создаёт переменное магнитное поле в месте расположения образца. Знак поля, получаемого за счёт напряжения на выходе синхронного детектора, противоположен знаку внешнего слабого магнитного поля. Таким образом, с помощью такой обратной связи постоянная (или медленно меняющаяся) составляющая магнитного поля в районе образца сводится к нулю. Компенсирующий ток $I_{\text{комп}}$, текущий при компенсации через катушку, с большой степенью точности пропорционален напряжённости внешнего магнитного поля.

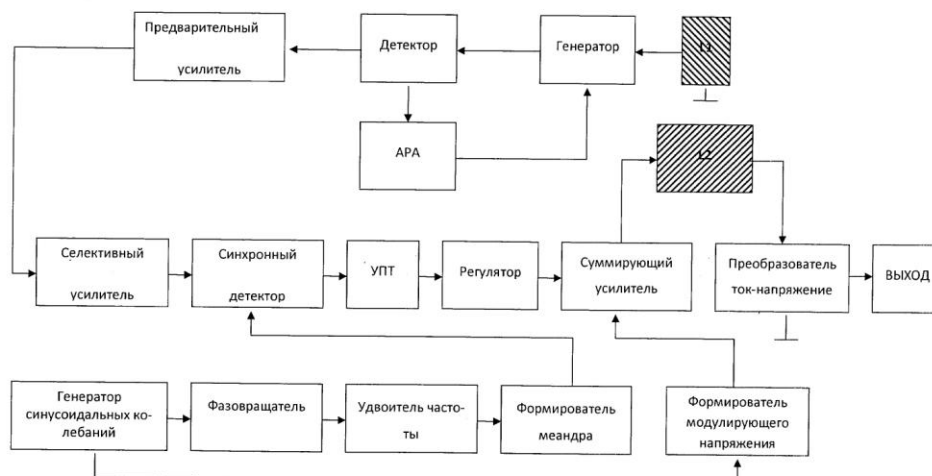


Рис. 1. Функциональная схема однокомпонентного магнитометра.

Функциональная схема магнитометра показана на Рис. 1, и выполнена по традиционной, для радиоспектроскопии, модуляционной схеме. В её состав входит генератор слабых колебаний, выполненный по схеме Гопкинса. Частота генератора выбиралась исходя из параметров рабочего вещества, и составляет 8,4 МГц. Радиочастотная катушка генератора $L1$ с рабочим веществом размещена внутри цилиндра, образованного катушкой $L2$, с помощью которой поле на образце модулируется звуковой частотой f_{mod} , порядка 1 кГц. При возникновении резонанса часть энергии контура поглощается веществом и на выходе генератора возникает амплитудная модуляция ВЧ несущей.

С выхода генератора модулированное напряжение поступает на амплитудный детектор, где происходит выделение огибающей, в амплитуде и фазе, которой заключена информация о полезном сигнале. Этот сигнал, имеющий частоту кратную частоте модуляции, усиливается предварительным усилителем, а затем, для улучшения отношения сигнал/шум, селективным усилителем, настроенным на первую гармонику сигнала ЭПР. Одновременно в этом усилителе происходит и подавление второй гармоники, поскольку она не несёт полезной информации.

Выделенная первая гармоника сигнала ЭПР поступает на синхронный детектор, на выходе которого формируется первая производная сигнала ЭПР. Форма этой производной подобна дискриминационной характеристике, формируемой в цепях фазовой автоподстройки частоты (ФАПЧ) и, для следящей обратной связи, является напряжением ошибки или рассогласования. Это напряжение усиливается усилителем постоянного тока и поступает на регулятор, который в простейшем случае, может быть интегратором. Назначение регулятора в замкнутой петле обратной связи - обеспечить нулевую (или очень близкую к нулю) ошибку рассогласования во всём динамическом диапазоне измеряемых полей и, кроме того, обладать большим запасом фазовой устойчивости и большой скоростью отслеживания.

С выхода регулятора напряжение поступает в суммирующий усилитель, выход которого соединён с компенсирующей цилиндрической катушкой $L2$. Током, протекающим в этой катушке, создаётся постоянное магнитное поле, равное по величине и обратное по направлению той части измеряемого магнитного поля, которая совпадает с осью катушки. Измеряя ток, протекающий через катушку $L2$, можно определить модуль измеряемой компоненты поля и её знак (направление).

Более удобно измерять не ток, а напряжение. Поэтому ток, протекающий через катушку $L2$, преобразуется в напряжение с помощью преобразователя ток-напряжение. Напряжение с

выхода преобразователя, прокалиброванное в единицах поля, например нТл, можно регистрировать, переведя в цифровой код с помощью компьютера.

Формирование управляющего напряжения для синхронного детектора осуществляется в формирователе опорных напряжений, в состав которого входит задающий генератор синусоидального напряжения, стабилизированный по амплитуде, фазовращатель, представляющий из себя всепропускающий фильтр с постоянным временем замедления, удвоитель частоты, и, формирователь меандра для управления синхронным детектором. С выхода формирователя прямоугольные импульсы с частотой следования 1 кГц и скважностью два поступают на управляющий вход синхронного детектора. Напряжение генератора через усилитель поступает на суммирующий усилитель и в катушке $L2$ создается переменное модулирующее поле. Амплитуда модулирующего поля определяется частотой генератора, шириной линии ЭПР и подбирается таким образом, чтобы форма дискриминационной характеристики в центральной области не имела перегибов.

Наличие фазовращателя позволяет довольно точно подобрать фазовые соотношения

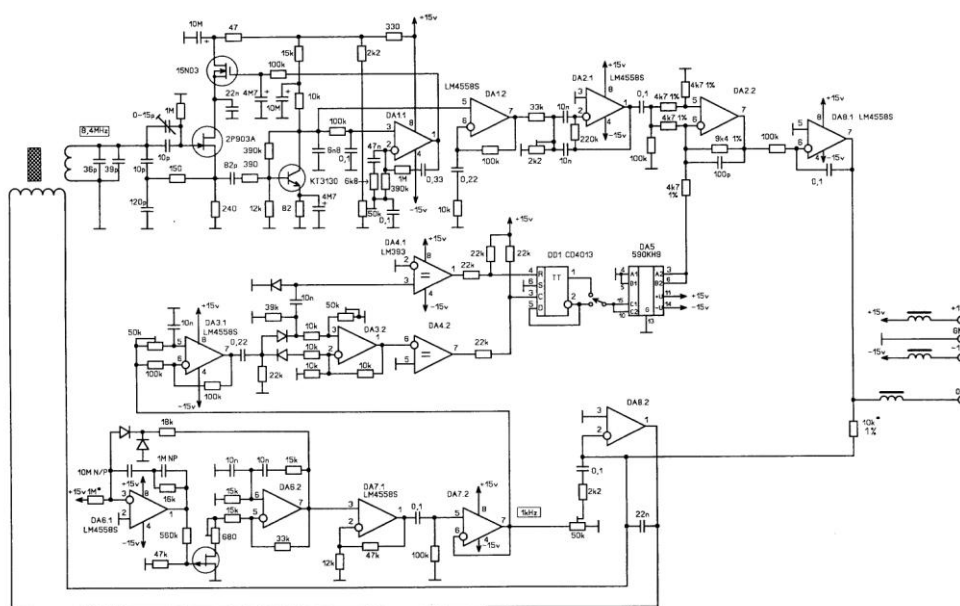


Рис. 2. Принципиальная схема однокомпонентного магнитометра

между первой гармоникой сигнала ЭПР и опорным напряжением синхронного детектора.

Для компенсации температурной нестабильности автодинного детектора введена схема автоматической регулировки амплитуды (АРА), сигналом управления для которой служит постоянная составляющая с амплитудного детектора, которая пропорциональна уровню ВЧ-несущей. Эффективность схемы такова, что обеспечивает постоянный уровень сигнала ЭПР во всём диапазоне рабочих температур.

Принципиальная электрическая схема однокомпонентного магнитометра приведена на Рис. 2. Для реализации электрической схемы была подобрана современная элементная база. С учетом элементной базы разработана печатная плата, позволяющая сделать электронный блок прибора весьма компактным. Конструктивно электронный блок, предназначенный для работы измерителя одной из компонент поля вместе с ЭПР датчиком магнитного поля помещается в цилиндрический корпус с размерами: диаметр – 30 мм, и длина – 200 мм.

Трёхкомпонентный ЭПР магнитометр, как и однокомпонентный также основан на компенсационном методе и позволяет измерять три взаимно-ортогональных компоненты геомагнитного поля. По сути, трёхкомпонентный магнитометр состоит из трёх взаимно-ортогональных однокомпонентных магнитометров, независимых друг от друга и

измеряющих каждый свою компоненту. Полученные данные от каждого из трех однокомпонентных блоков преобразуются в цифровой формат и поступают в компьютер, где данные обрабатываются и запоминаются на карте памяти. Полная блок-схема магнитометра показана на Рис. 3. Три датчика с электронными блоками (Dx, Dy и Dz), для независимого измерения трех пространственных координат (X, Y, Z) магнитного поля соединены с модулем сбора данных (АЦП-ЦАП) и управления электронными блоками. Этот модуль также соединяется с персональным компьютером (PC), куда поступают данные от датчиков магнитного поля для обработки и хранения. Компьютер также обеспечивает необходимое управление электронными блоками и наглядное представление результатов измерений. К компьютеру дополнительно присоединяется специализированная плата GPS приемника (GPS), это сделано для привязки измерений геомагнитного поля по времени и координате нахождения магнитометра. Все питание магнитометра осуществляется от аккумуляторной батареи 12 В (БП).

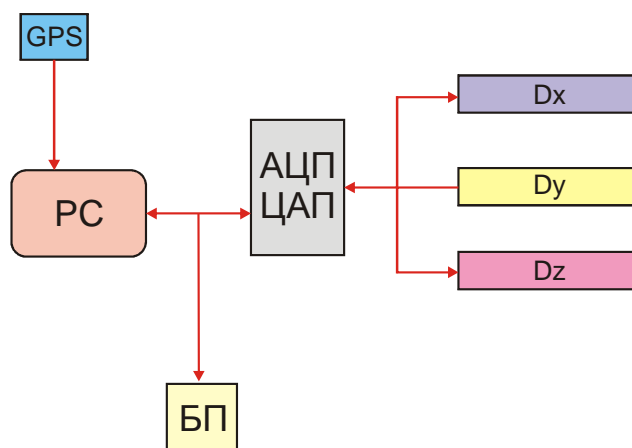


Рис. 3. Блок-схема трехкомпонентного магнитометра

2. Рабочее вещество магнитометра: выбор; технология получения; основные свойства

Достижимая в ЭПР магнитометрах чувствительность зависит от многих параметров, но решающую роль здесь играет выбор рабочего вещества датчика магнитометра. Прежде всего рабочее вещество должно иметь максимально узкую линию ЭПР поглощения. Кроме того, необходима временная и температурная стабильность параметров материала. Эти требования являются нетривиальными, но именно они определяют одну из основных характеристик датчика – его чувствительность, а, следовательно, и чувствительность всего магнитометра.

До настоящего времени наиболее распространенными материалами для использования в качестве рабочего вещества датчика являлись органические вещества, в которых сигнал ЭПР обеспечивался радикалами. Хорошо известное вещество – диметилпикрилгидрозил (ДФПГ), с шириной линии магнитного резонанса $\Delta H \sim 1$ Гс ($\nu \sim 9$ ГГц). N-карбазилпикрилизота имеет еще меньшую ширину линии магнитного резонанса ΔH этого материала находится в пределах ~ 0.5 Гс. Были попытки использовать в качестве рабочего вещества катионрадикалы гексафторфосфата флуорантена (F_2PF_6), ширина линии которого в порошке может достигать $\Delta H \sim 0.1$ Гс. К недостаткам использования радикалов в качестве рабочего вещества следует отнести трудности, связанные с технологией. Ширина линии сильно зависит от чистоты используемых при синтезе исходных веществ. Химическая очистка этих веществ, как и конечного продукта, является достаточно сложной и не решенной до конца задачей. Необходимо предъявлять особые требования к условиям хранения и эксплуатации радикалов. Так, например, при хранении F_2PF_6 на воздухе при комнатной температуре интенсивность линии ЭПР этого вещества уменьшается на порядок. Конечно, такая

нестабильность не приемлема для материалов, которые будут использоваться в качестве датчиков высокочувствительного магнитометра.

Рассматривая различные семейства материалов для рабочего вещества датчика, мы остановили свой выбор на материале LiF. Сам монокристалл LiF является диамагнитной матрицей, а сигнал ЭПР связан с микроскопическими включениями металлического Li. Металлические частицы в кристалле можно получить при облучении кристалла высокой дозой нейтронной радиации, 10^{19} - 10^{20} н/см² (с последующим тепловым отжигом и закалкой в жидком азоте) [2]. Обоснуем свой выбор материала для датчика:

- 1) узкая, одиночная, Лоренцевской формы линия парамагнитного поглощения с шириной $\Delta H \sim 0.03$ - 0.09 Гс, в зависимости от размера частиц металла (0.6-1.0 мкм);
- 2) ширина линии не зависит от температуры;
- 3) g-фактор линии поглощения, который определяет величину резонансного магнитного поля, равен 2.002288 ± 0.000004 и, что принципиально, является изотропным и температурно-независимым;
- 4) поскольку металлический Li является Паулиевским парамагнетиком его магнитная восприимчивость в широком температурном диапазоне, где предполагается использовать магнитометры, не зависит от температуры; это означает, что и интенсивность линии ЭПР не будет изменяться с температурой;
- 5) частицы Li являются высокочистыми, а сама матрица LiF защищает частицы от влияния внешней среды, что обеспечивает стабильность параметров спектра ЭПР материала.

Получения крупных монокристаллов LiF однородных по объему сопряжено с определенными трудностями. Речь здесь идет о возможности возникновения кристаллографических дефектов и центров окраски (типа F-центров), при не оптимальном выборе технологии. Качественные монокристаллы LiF были выращены в ИГХ СО РАН по оригинальной технологии [3] и переданы разработчикам магнитометра. Из полученных объемных монокристаллов изготавливались образцы цилиндрической формы диаметром $\varnothing=8$ мм и длиной $l=10$ мм по внутренним размерам каркаса радиочастотной катушки магнитометрического датчика.

Облучению кристаллов с дозой тепловых нейтронов до 10^{20} н/см² было проведено в Реакторно-исследовательском комплексе УрО РАН, г. Заречный. После облучения, образцы подвергались термической обработке при температуре 500° С и последующей закалке в жидком.

Спектры ЭПР полученных материалов (облученных кристаллов LiF) исследовались на

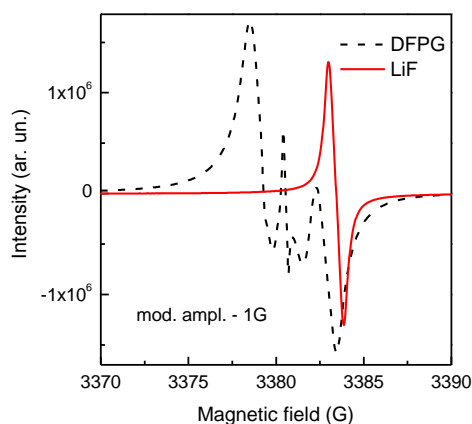


Рис. 4. Спектры ЭПР ДФПГ и облученного LiF.

спектрометре электронного магнитного резонанса ELEXSYS E580 (Brucker). На Рис. 4 приведены результаты сравнительных исследований спектра ДФПГ – материала, который традиционно используется в магнитометрах и в других ЭПР приложениях как материал с узкой шириной линии поглощения, и образца LiF. Образцы ДФПГ и LiF имели одинаковую массу, измерения проводились при одной и той же величине амплитудной модуляции. Хорошо видно, что линия ДФПГ намного шире, к тому же имеет тонкую структуру, что негативно может сказываться на чувствительности ЭПР датчика магнитометра. Линия же LiF является гладкой и симметричной, по интенсивности она не сильно уступает линии поглощения ДФПГ. Это многообещающий результат, подтверждающий перспективность использования облученных кристаллов LiF в высокочувствительных магнитометрах. Вместе с тем, ширина линии, $\Delta H \sim 0.7$ Гс, оказалась намного больше, чем то, что упоминалось в литературе ($\Delta H \sim 0.03-0.09$ Гс). Однако здесь следует иметь в виду, что измерения проводились при высоких частотах, а магнитометр работает на более низких частотах, при которых ширина линии ЭПР должна быть меньше. Кроме того, ширина линии ЭПР в большой степени зависит от величины амплитудной модуляции. Действительно, с уменьшением амплитуды модуляции уменьшается ширина линии LiF. Если при амплитуде модуляции в 1 Гс (1 G) ширина линии составляет $\Delta H \sim 0.7$ Гс, то при амплитуде модуляции 0.1 Гс (0.1 G) ширина линии составляет уже $\Delta H \sim 0.17$ Гс.

Конечно, на данном этапе мы не смогли достигнуть предельных значений ширины линии, необходима дальнейшая работа по совершенствованию технологии получения монокристаллов LiF и их облучению нейтронами. Вместе с тем, полученные параметры линии намного превосходят параметры ДФПГ – материала, который использовался до настоящего времени. Наши исследования показали необходимость тщательного выбора рабочих параметров, при которых работает ЭПР датчик (частота генератора, величина амплитудной модуляции).

3. Автоматизация работы магнитометра; разработка программного обеспечения сбора, анализа и представления данных

Для целей автоматизации прибора использовался модуль сбора данных USB-9219. Разрешение модуля – 24 бита. Связь с компьютером осуществляется по шине USB/ Минимальный шаг по напряжению – 271 μV . В устройстве задействованы три входа. Четвертый, может быть использован для подключения дополнительных устройств.

Данные измерений магнитного поля в магнитометре синхронизованы по абсолютному времени и координате. Для синхронизации используется GPS-приёмник BU-353 с USB-2.0. В одном корпусе совмещён GPS-приёмник и активная антенна, GPS Mouse. В основе приёмника лежит чипсет SiRFstarIII, обеспечивающий высокое качество и скорость определения координат. Приёмник подключается к компьютеру через USB порт.

В качестве языка программирования при создании программного обеспечения прибора был выбран LabVIEW. National Instruments LabVIEW представляет собой высокоэффективную среду графического программирования, в которой можно создавать гибкие и масштабируемые приложения измерений. Интуитивно понятный процесс графического программирования позволяет уделять больше внимания решению проблем, связанных с измерениями и управлением.

Созданное программное обеспечение делает использование прибора удобным и легким. Оно позволяет управлять прибором, собирать, обрабатывать и анализировать данные в автоматическом режиме и наглядно представлять их с использованием визуального интерфейса программы.

4. Основные характеристики магнитометра

Изготовленный опытный экземпляр высокочувствительного магнитометра проходил испытания в лабораториях ИФ СО РАН. Ниже приведены характеристики изготовленного прибора, уверенно воспроизводимые при работе в различных условиях.

Основные технические характеристики магнитометра слабых магнитных полей:

- количество одновременно измеряемых компонент поля – три;
- диапазоны измеряемых полей – $0-10^5$ нТл;
- пороговая чувствительность - не хуже 1 нТл;
- температурный дрейф - не хуже 0.05 нТл/ $^{\circ}$ С;
- диапазон компенсации измеряемой компоненты - $\pm 10^5$ нТл;
- диапазон измерения вариаций в режиме компенсации - не хуже ± 1 нТл;
- быстроедействие приборов обеспечивает непрерывные измерения в диапазоне частот – $0-1.5$ Гц;
- диапазон измерения вариаций в режиме компенсации $\pm 10^4$ нТл

Улучшение характеристик возможно за счет дополнительной программной обработки данных с использованием компьютера. По-видимому, необходимо продолжить и работу по улучшению характеристик рабочего тела магнитометра. Возможно, что определенный потенциал улучшения характеристик заложен в совершенствовании конструкции датчика ЭПР магнитометра, в выборе оптимальных величин объема рабочего тела, частоты задающего генератора, амплитудной модуляции и т.д.

Заключение

Разработан вариант ЭПР магнитометра, предназначенного для компонентно-векторных измерений слабых магнитных полей и их вариаций, включая измерения геомагнитного поля. Создан опытный образец магнитометра. Использование новых подходов и решений позволило улучшить характеристики, по сравнению с приборами предыдущего поколения, расширить его функциональные возможности. К элементам новизны относятся: применение современной элементной базы; полная автоматизация процессов работы прибора и сбора данных измерений; использование нового рабочего вещества в качестве рабочего тела магнитометра; создание программного обеспечения; синхронизация результатов измерений по абсолютному времени и координате. Разработанный вариант магнитометра может найти применение в геологии, геофизики, археологии, научных исследованиях, в военных приложениях, космических исследованиях.

Литература

1. Семевский Р.Б., Аверкиев В.В., Яроцкий В.А. Специальная магнитометрия. – СПб.: Наука, 2002. – 228 с.
2. Черкасов Ф.Г., Овчинников И.В., Туранов А.Н., Львов С.Г., Гончаров В.А. Измерение статической магнитной восприимчивости с помощью электронного парамагнитного резонанса // Физика низких температур, т.23(2). 1997. с.236-239.
3. Мироненко С.Н., Непомнящих А.И., Икрами Д.Д., Парамзин А.С., Рахимов М.Э. Получение фторида лития для термолюминесцентных детекторов ионизирующего излучения // Известия АН СССР. Сер.Неорганические материалы. 21. 1985. с.504-506

N.V. Volkov, S.A. Trofimov, V.S. Tsikalov, E.V. Eremin, O.A. Maslennikov

HIGH-SENSITIVE ESR MAGNETOMETER FOR MEASURING OF THE EARTH GEOMAGNETIC FIELD: NOVEL SOLUTIONS

The compact high-sensitive magnetometer was designed for measuring of the Earth geomagnetic field and its variations. Novel technical solution was applied in the magnetometer that improve the device characteristics as compared with the early designed devices. The paper contains the description of the magnetometer construction, of the main electronic blocks, of the software. The model of the magnetometer was created and tested. The results of test and main device characteristic are presented in the paper.

Keywords: ESR magnetometer, measurement of the weak magnetic field