

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ».

Физический факультет
Кафедра общей физики
Куликова Аина Вячеславовна

КУРСОВАЯ РАБОТА

**Измерение распределения магнитной компоненты поля в
диэлектрическом СВЧ резонаторе**

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №19311

Научный руководитель:

к.ф.-м.н. Сырямина В.Н

Оценка научного руководителя

«_____» _____ 20__ г.

Преподаватель практикума

к.ф.-м.н. Мурахтин С.В.

Оценка преподавателя практикума

«_____» _____ 20__ г.

Куратор практикума:

Итоговая оценка

к.т.н. Астрелин В.Т.

«_____» _____ 20__ г.

г. Новосибирск, 2020 год

Оглавление

Аннотация	3
Введение	4
Теоретическая часть	6
Экспериментальная часть	7
Описание экспериментальной установки	7
Результаты экспериментов	9
Апробирование метода пробного тела	9
Сравнение диэлектрических вставок	10
Выводы	13
Библиографический список	14
Приложение	15

Аннотация

Цель работы - измерение магнитной компоненты электромагнитного (ЭМ) поля в резонаторах для ЭПР-спектроскопии методом пробного тела. Были изучены прямоугольный резонатор (TE_{102} , далее - ST) и цилиндрический резонатор (далее - DR резонатор) с двумя диэлектрическими вставками разной формы (в форме цилиндра и «гантели»). Были проверены два предположения – действенность метода пробного тела при измерении магнитной компоненты ЭМ-поля посредством резонатора ЭПР-спектроскопии и влияние изменения формы (далее - шейпирования) диэлектрической вставки на распределение магнитной компоненты ЭМ-поля в DR-резонаторе. Работоспособность метода пробного тела подтвердили экспериментом на прямоугольном резонаторе ST внесением вдоль оси распространения ЭМ-волны пробного тела, прикрепленного к кварцевой нити с полиэтиленовым покрытием. В результате измерения резонаторов с диэлектрическими вставками была проведена оценка длины области однородности магнитного поля на уровне $0.9V_{\max} - \sigma$ (мм). Показано, что вставка в форме «гантели» увеличивает σ в 1,6 раз.

Измерения проводились в диапазоне резонансных частот 9 – 10 ГГц. Сравнение двух диэлектрических вставок - цилиндрической и шейпированной – показало, что область однородности увеличилась в 1.6 раза при использовании вставки в форме «гантели» (резонатор - DR-«гантель») по сравнению с вставкой в форме цилиндра.

Полученные данные могут быть использованы для производства новых DR-резонаторов и дальнейшей оптимизации диэлектрических вставок для ЭПР-резонаторов.

Ключевые слова: резонатор, метод пробного тела, шейпирование, область однородности магнитного поля, магнитная компонента ЭМ-поля.

Введение

Спектроскопия Электронного Парамагнитного Резонанса (ЭПР) находит широкое применение в различных областях науки. Главным рабочим элементом ЭПР-спектрометра является резонатор, накапливающий энергию ЭМ-волн и показывающий распределение ЭМ-поля в рабочем объеме. Для того чтобы зарегистрировать сигнал, необходима магнитная компонента ЭМ-поля, в то время как наличие электрической компоненты ЭМ-поля понижает чувствительность, может приводить к нагреву образца (в случае эксперимента при комнатной температуре) и к нежелательным искажениям принимаемого сигнала. В зависимости от геометрии и размеров, существуют различные виды резонаторов. Так, геометрия резонатора определяет тип ЭМ колебаний, стабилизирующихся в резонаторе. Поле в DR-резонаторах перераспределяется диэлектрической вставкой так, что в месте размещения образца мало электрическое поле на исследуемых модах колебаний.

Первые, и до сих пор используемые - прямоугольные резонаторы с низшей модой колебаний TE_{102} (нижние индексы указывают число полуволн, укладываемых вдоль осей в декартовой системе координат) [1].

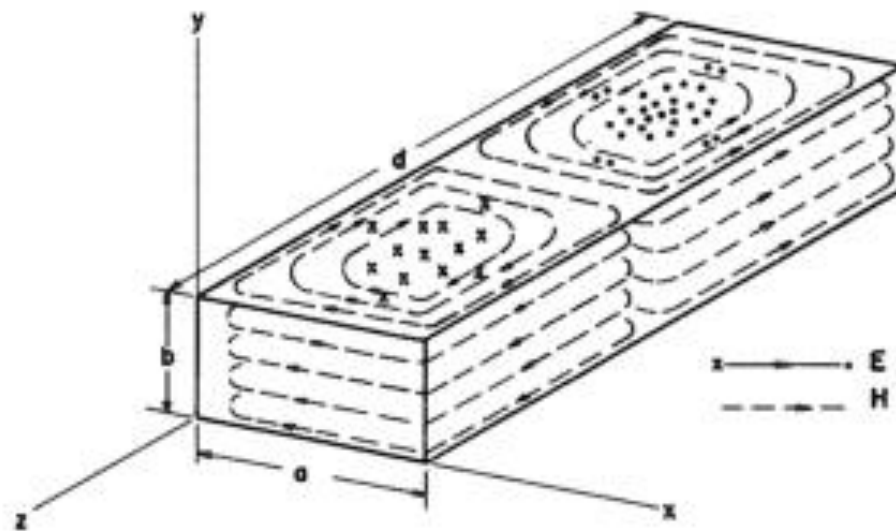


Рисунок 1.

Распределение электромагнитного поля, мода колебаний TE_{102} в полости прямоугольного резонатора.

Однако более эффективными резонаторами оказались цилиндрические, например, с низшей модой колебаний TE_{012} (нижние индексы указывают число длин полувольт в цилиндрической системе координат) - за счет аксиальной симметрии и отсутствия электрической компоненты ЭМ-поля в области нахождения образца.

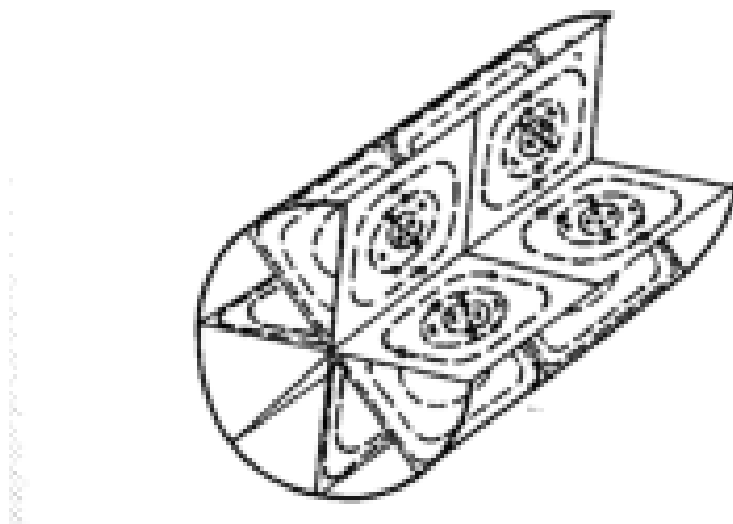


Рисунок 2.

Распределение электромагнитного поля, мода колебаний TE_{012} в полости цилиндрического резонатора.

В данной работе были изучены два вида резонаторов: цилиндрический резонатор с диэлектрическими вставками (DR-резонатор) и прямоугольный самодельный резонатор.

Теоретическая часть

Существуют различные способы для измерения профиля магнитного поля в резонаторе. В работе был использован метод пробного тела [2]. С помощью этого метода можно определить значения электрического (E) и магнитного (H) поля в области вдоль оси резонатора по смещению резонансной частоты, вызванному введением металлического пробного тела в область электромагнитного поля. В случае пробного тела в виде сферы, изменение резонансной частоты в зависимости от амплитуды электрического и/или магнитного поля зависит следующим образом [2 -3]:

$$\frac{v_0^2 - v^2}{v_0^2} = 3 \left(E_0^2 - \frac{1}{2} H_0^2 \right) \frac{4\pi r^3}{3},$$

где v_0 – резонансная частота резонатора без пробного тела (шарика), v – смещенная (с пробным телом) резонансная частота, E_0 , H_0 – изменения электрического и магнитного полей, r – радиус пробного тела (шарика). Электрическое поле создает помехи и ухудшает чувствительность, поэтому резонаторы для спектроскопии ЭПР делают так, чтобы электрическое поле вдоль образца было минимальным. В таком случае магнитная компонента считается по формуле:

$$H_0^2 = \frac{v_0^2 - v^2}{v_0^2} \frac{1}{2\pi r^3},$$

а абсолютное значение поля вычисляется как [3]:

$$B_1^2 = \mu^2 H^2 = \left(\frac{Q_0 W}{\pi v_0} \right) \mu H_0^2 = \frac{\mu_0 \cdot Q_0 \cdot W}{2\pi^2 \cdot r^3 \cdot v_0} \cdot \frac{v^2 - v_0^2}{v_0^2},$$

где W – мощность ЭМ-волны, подводимая к резонатору, Q_0 – ненагруженная добротность резонатора.

Экспериментальная часть

Опыты проводились с помощью векторного рефлектометра СВАН-R140 (PLATAN Ltd., Россия) и стандартного ноутбука. В работе проверяется работоспособность метода пробного тела на примере опыта, проведенного на самодельном прямоугольном резонаторе, а также сравниваются распределения магнитной компоненты поля и области однородности сигнала при вставках разной формы в DR-резонаторе.

Самодельный прямоугольный резонатор отличается от заводского своими нестандартными размерами и оригинальной системой связи в форме «бабочки».

В DR-резонаторе были использованы самодельные вставки из германата висмута ($\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$) [4]. Вставки были выполнены в двух формах: стандартная цилиндрическая форма (резонатор - DR-«цилиндр») и со ступенчатым изменением радиуса («гантель», резонатор - DR-«гантель»). Размеры вставок указаны в прил.1,2.

Описание экспериментальной установки

1)

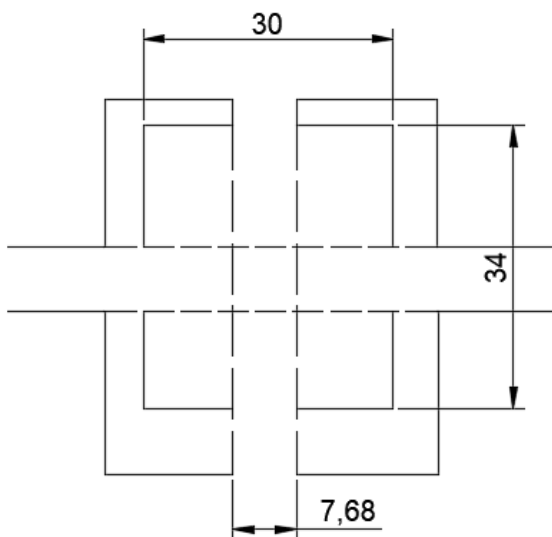


Рисунок 3.

Прямоугольный самодельный резонатор ST, размеры указаны в мм.

Измерение распределения магнитного поля вдоль оси распространения ЭМ-волны было произведено новым способом: пробное тело (d примерно 2.03 мм) было прикреплено к кварцевой нити в полиэтиленовой оболочке. Для аккуратной центровки пробного тела на подвесе в резонатор сначала вставили кварцевый капилляр большего диаметра (внутренний диаметр 5 мм), в него поместили дополнительный капилляр меньшего диаметра (внутренний диаметр 2,95 мм). Затем пробное тело на нити вдвигали в рабочий объем резонатора с шагом 1 мм. Данный метод удобнее стандартного, в котором пробное тело помещают в длинную тонкостенную кварцевую ампулу и ампулу двигают вдоль оси резонатора, поскольку в стандартном методе на краях резонатора изменяется объем стекла в полости резонатора, что приводит к дополнительному сдвигу частоты за счет изменения объема диэлектрического материала. Такой дополнительный сдвиг требует коррекции базовой линии и может вносить неточности в случае “длинных” резонаторов (когда длина измеряемой области превышает 20 мм).

2)

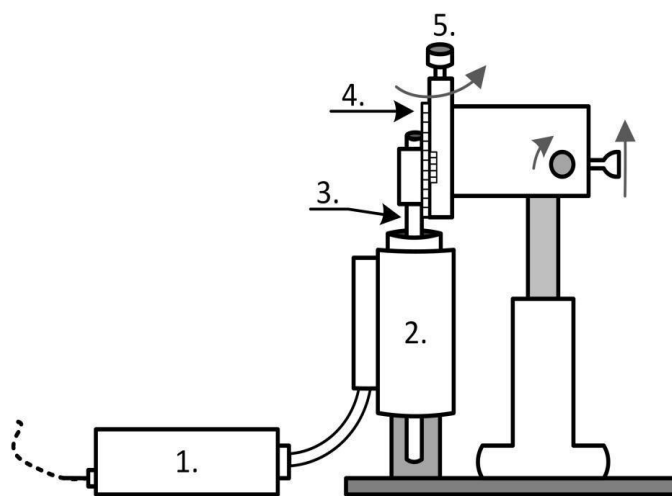


Рисунок 4.

Экспериментальная установка: 1 – векторный рефлектометр SABAN-R140; 2 – DR - резонатор; 3 – кварцевый капилляр с пробным телом; 4 – шкала уровня; 5 – регулятор уровня.

Чтобы избежать краевых эффектов, капилляр с пробным телом ($d = 0,69$ мм) вставлялся по оси резонатора таким образом, чтобы его конец полностью находился в резонаторе в момент начала эксперимента. Затем образец вдвигался в резонатор с шагом $1 \pm 0,2$ мм. При каждом сдвиге

рефлектометром измерялась разница амплитуд падающей и отраженной от резонатора волн в диапазоне от 9 до 10 ГГц.

В работе измерялось изменение резонансной частоты от положения пробного тела внутри рабочего объема резонатора.

Результаты экспериментов

Апробирование метода пробного тела

Для того, чтобы доказать работоспособность метода пробного тела был проведен опыт с самодельным прямоугольным резонатором. В данном резонаторе низшая мода колебаний TE_{102} , то есть, вдоль оси расположения образца (x) укладывается одна полуволна, в то время как вдоль оси распространения волны (z) - две. Таким образом, согласно фундаментальным выражениям [3], распределение магнитного поля вдоль осей x и z описывается следующими формулами:

$$F(x) = \sin(\pi x/a), F(z) = \sin(2\pi z/b),$$

где a и b – длины резонатора вдоль оси размещения образца и вдоль распространения ЭМ-волны, соответственно.

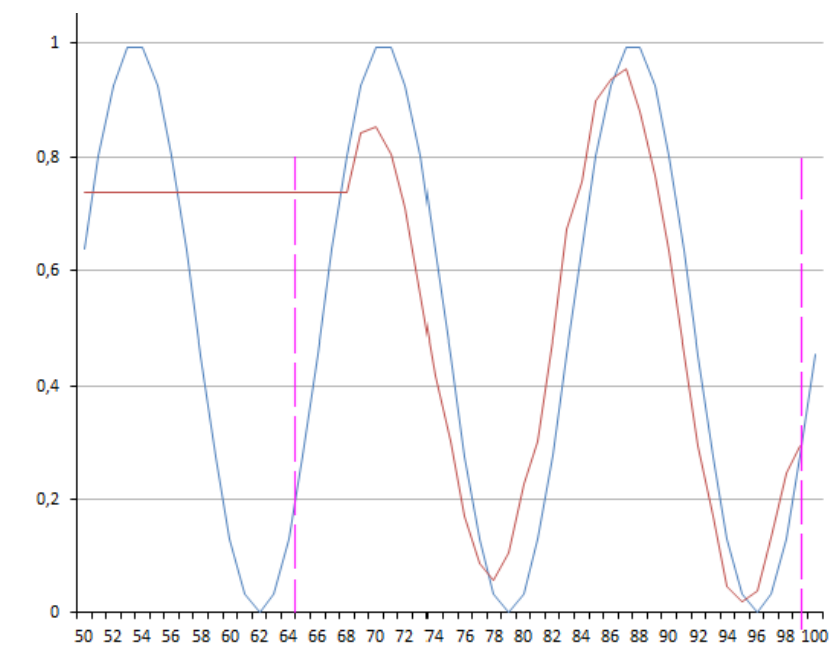


Рисунок 5.

Распределение магнитного поля $F(z)^2$ вдоль оси распространения ЭМ-волны в прямоугольном резонаторе. Синяя кривая – теоретическое распределение, красная - экспериментальные данные. Пунктиром выделены размеры резонатора

Прямой участок кривой распределения слева – краевой эффект.

Сравнение диэлектрических вставок

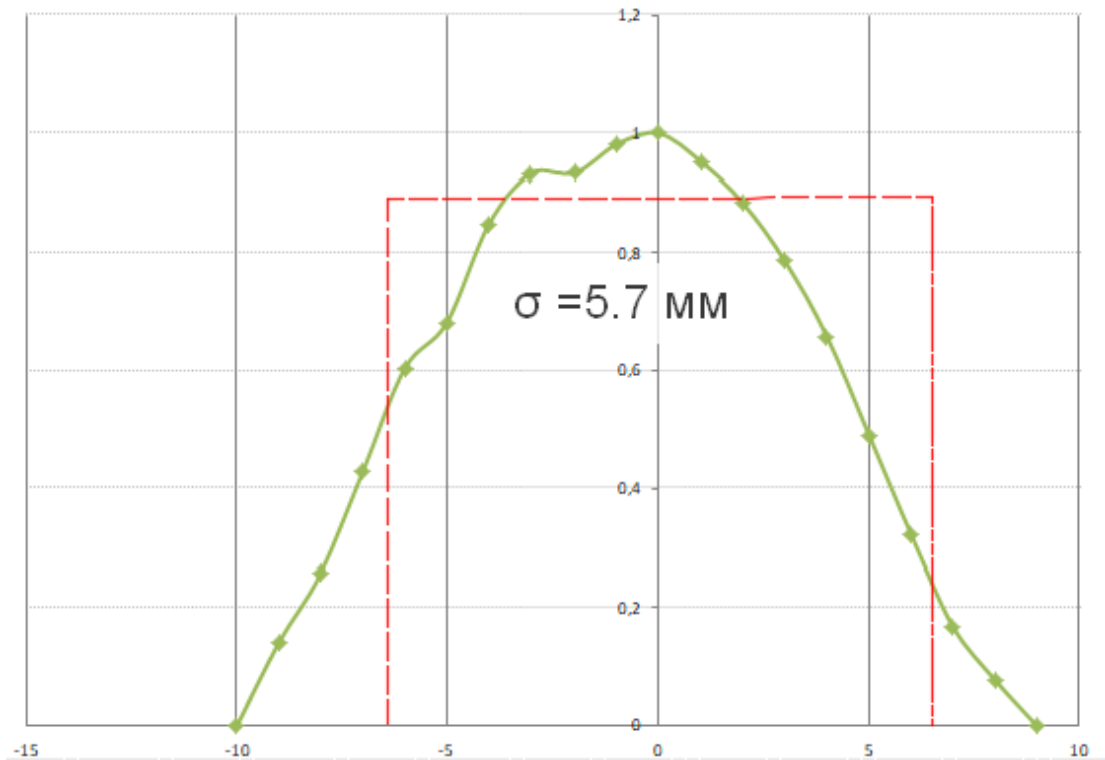


Рисунок 6.

σ (мм) для DR-«цилиндр»

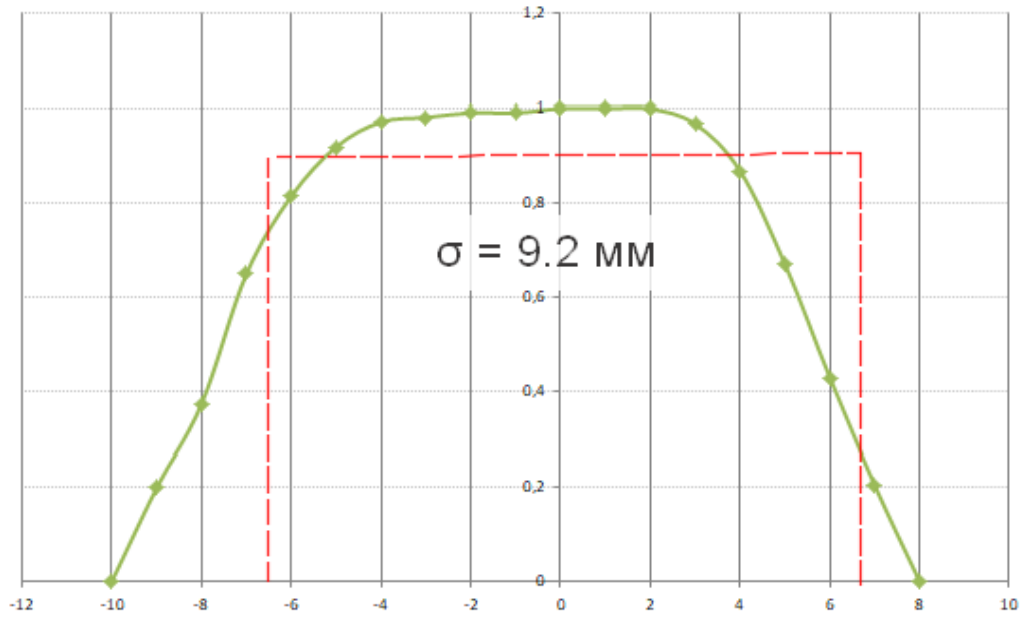


Рисунок 7.

σ (мм) для DR-«гантель»

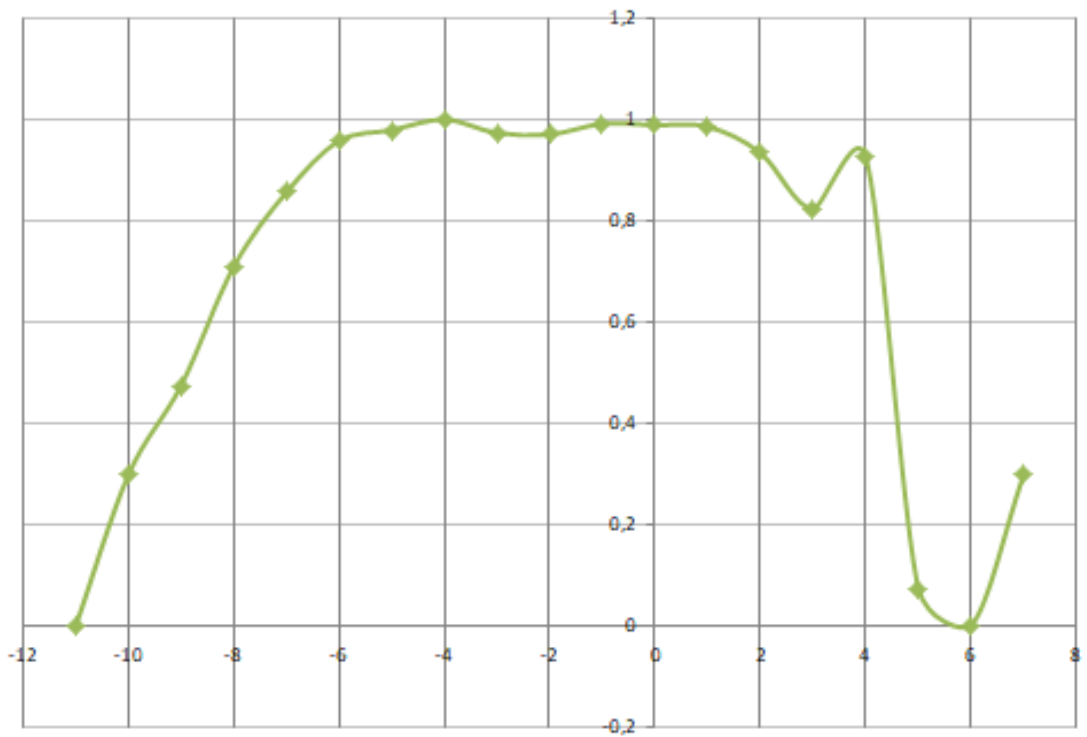


Рисунок 8.

DR-«гантель», размер пробного тела - $d = 0.48 \text{ мм}$

Т.к. в этом измерении был взят шарик меньшего диаметра ($d = 0.48$ мм), «скачки» на графике более ярко выражены. Основная причина погрешности - неточное центрирование образца при сборке установки, эта погрешность особенно велика в «больших» резонаторах (измеряемая длина больше 20мм)

Поскольку у цилиндрического резонатора нет как таковой области однородности сигнала, для количественного сравнения резонаторов введем формальный критерий – длина на уровне 0.9 для нормированного графика распределения поля V_1 . Выбор данного уровня для сравнения обусловлен тем, что если длина образца превышает длину однородности магнитного поля на уровне 0.9, в количественных измерениях методами спектроскопии ЭПР появляются неточности, которые в дальнейшем могут привести как к некорректной интерпретации, так и недооценке количества парамагнитных центров в изучаемой системе.

Длина области однородности для DR-«цилиндра» $\sigma = 5.7$ мм, для DR-«гантели» $\sigma = 9.2$ мм

Таким образом, длина области однородности сигнала с шейпированной вставкой больше в 1.6 раза.

Выводы

Была продемонстрирована надежность использования метода пробного тела для измерения на примере резонатора ST. Было показано влияние шейпирования DR вставок на распределение магнитной компоненты ЭМ-поля и увеличение области однородности магнитного поля. Показано, что для DR-«гантели» область однородности больше чем для DR-«цилиндра» в 1.6 раза.

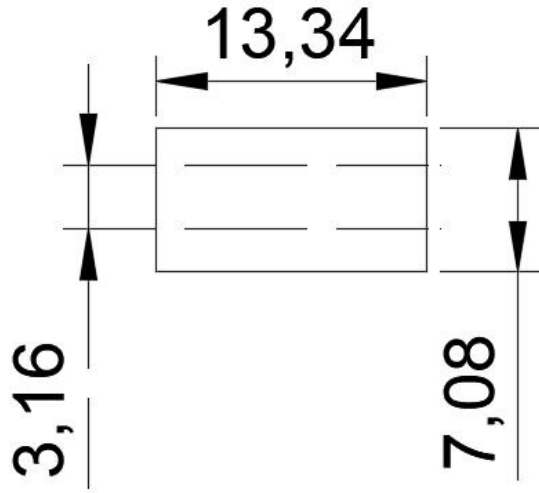
Вставка «гантель» изменяет распределение поля, «выпрямляя» сигнал, это означает, что изменение формы вставок путем уменьшения внешнего радиуса в одном или более местах помогает увеличить область однородности сигнала, следовательно, сделать полученные данные более точными. Данный результат может быть полезен для конструирования новых резонаторов ЭПР и создания шейпированных вставок других различных форм.

Библиографический список

1. Hyde J.S., Mett R.R. Appl Magn Reson, 2017, 48, 11-12, 1185-1204.
2. Гинзтон Э. Л. Измерения на сантиметровых волнах / Под ред. Г. А. Ремеза. М.: Издательство иностранной литературы, 1960. с. 545-546.
3. Jack H. Freed, Daniel S. Leniart, James S. Hyde. Theory of Saturation and Double Resonance Effects in EPR Spectra. III. Coherence and Line Shapes. The Journal of Chemical Physics. 47. P. 2773.
4. Mikhail Y. Ivanov, Vladimir A. Nadolinny, Elena G. Bagryanskaya, Yuriy A. Grishin, Matvey V. Fedin, Sergey L. Veber. Bismuth germanate as a perspective material for dielectric resonators in EPR spectroscopy. Journal of Magnetic Resonance. 2016. Vol. 271. P. 83 – 89.
5. Ч. Пул. Техника ЭПР-спектроскопии. Мир, 1970.

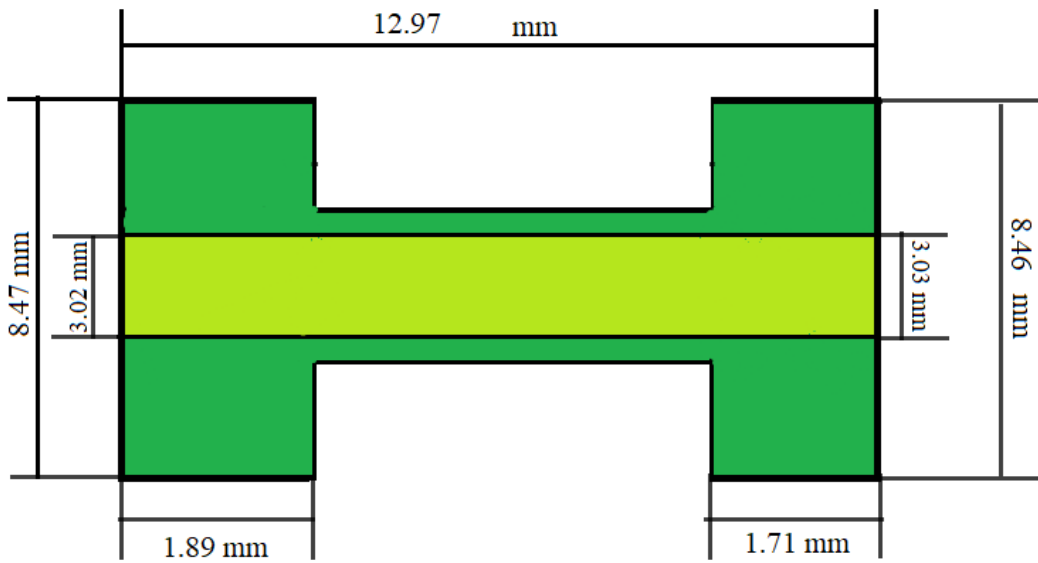
Приложение

1.



Диэлектрическая вставка «цилиндр», размеры указаны в мм.

2.



Диэлектрическая вставка «гантель»