

*А. С. ВАКУЛА, С. В. НЕДУХ, канд. физ.-мат. наук, С. И. ТАРАПОВ, д-р физ.-мат. наук,
С. Ю. ПОЛЕВОЙ*

КОМПЛЕКС ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ МАГНЕТИКОВ МЕТОДОМ СВЕРХВЫСОКОЧАСТОТНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

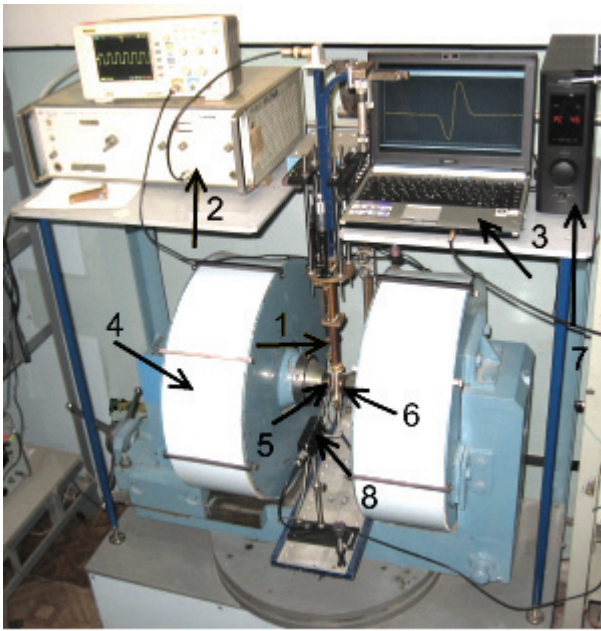
Сверхвысокочастотные методы, в частности электронный парамагнитный/ферромагнитный резонанс (ЭПР/ФМР) [1, 2], являются одними из самых чувствительных методов исследования магнитных материалов. Метод ЭПР/ФМР позволяет достоверно исследовать магнитные объекты с малыми характерными размерами вплоть до единиц нанометров. Одним из известных способов реализации метода ЭПР является использование синхродетектора и схемы низкочастотной модуляции магнитного поля [1]. Такой способ позволяет увеличить чувствительность за счет селективности сигнала – выбирать полезный сигнал только на частоте модуляции магнитного поля. Однако для исследования объектов с размерами в несколько нанометров необходимо существенно повысить чувствительность данного способа. Основными задачами, обеспечивающими повышение чувствительности, являются: фильтрация паразитных сигналов с постоянной составляющей, электронная селективность частоты сигнала, возможность изменения частоты модуляции магнитного поля, а также цифровая обработка аналогового сигнала. Всеми этими качествами обладает звуковая карта ПК, которая обеспечивает решение таких задач.

В статье представлены особенности конструкции ЭПР спектрометра «КВАРК» [3], в котором с целью повышения чувствительности и информативности эксперимента разработана схема программного управления, а также регистрации данных с помощью звуковой карты ПК с пакетом специально разработанных авторских программ (далее «система Sonic»), работающей как синхродетектор. Также представлены результаты работы системы Sonic в сравнении с результатами работы магнитного спектрометра, в котором функцию СВЧ генератора и регистрирующего устройства выполняет прецизионный серийно выпускаемый векторный анализатор цепей Agilent NA5230A, имеющий автоматическую перестройку частоты.

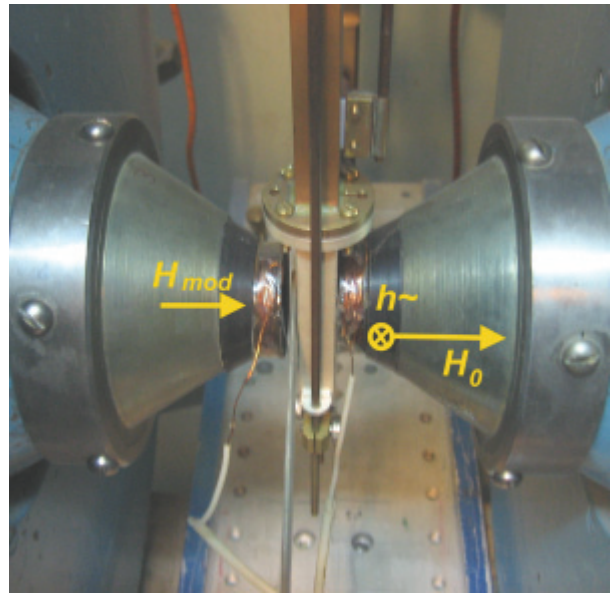
Возможности и характеристики исследовательского комплекса

Представленный спектрометр, построенный на основе исследовательского комплекса «Кварк» (рис.1, а), включает в себя СВЧ-генераторы с рабочей частотой от 9 до 12,7 и от 25,95 до 37,5 ГГц, систему волноведущих трактов, ответвителей и детекторных секций на соответствующие диапазоны, электромагнит с блоком питания к нему.

Основной частью спектрометра «КВАРК» является СВЧ-модуль. Он состоит из отрезка волновода с крепежным фланцем, на котором размещены микрометрические винты, согласующего трансформатора, диафрагмы с отверстием связи и прямоугольного резонатора. Положение ползунка трансформатора и положение поршня резонатора регулируется микрометрическими винтами. Особенность СВЧ-модуля заключается в том, что микрометрические винты подстройки трансформатора и резонатора вынесены на крепежный фланец. Таким образом, исключаются вибрации при регулировке трансформатора и резонатора. К открытой части отрезка волновода СВЧ-модуля подключается коаксиально-волновой переход, волноводный ответвитель или другой элемент волноведущего тракта. Исследуемый образец размещается на столике, который встроен в поршень резонатора. Следуя методике ЭПР, поршень с образцом располагают между концентраторами электромагнита. Снаружи резонатора вблизи образца устанавливается датчик магнитного поля (рис. 1, б).



a



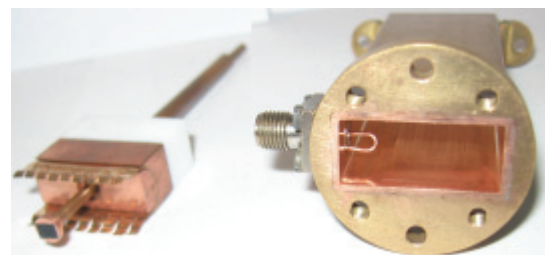
б

Рис.1. Исследовательский комплекс «Кварк»: *a* – общий вид: 1 – СВЧ с модуль, 2 – СВЧ генератор, 3 – управляющий компьютер, 4 – катушки электромагнита постоянного поля, 5 – модуляционные катушки, 6 – концентраторы, 7 – усилитель звуковой частоты, 8 – датчик поля с усилителем; *б* – исследовательская ячейка: H_{mod} – поле модуляции, $h\sim$ – H -компонента электромагнитного поля, H_0 – постоянное магнитное поле

В СВЧ-модуле применен прямоугольный резонатор, перестраиваемый поршнем и работающий на типе колебаний TE_{101} и TE_{102} . В зависимости от конкретной задачи, спектрометр «КВАРК» реализует два типа подключения: отражательный (рис.2, *a*) или проходной (рис.2, *б*). В схеме отражательного типа в резонаторе отсутствует петля связи, и сигнал возвращается через отверстие связи и трансформатор на двунаправленный ответвитель, где на одном из его выходов подключен детектор. Стоит обратить внимание на поршень резонатора. В поршень встроен поворотный столик, на который кладется образец (рис. 2). Это дает возможность вращать образец относительно магнитного поля, тем самым исследовать магнитные свойства анизотропии образца.



a



б

Рис. 2. Резонатор отражательного типа (*a*) и проходного типа (*б*)

Кроме схемы отражательного типа используется менее традиционная схема – проходного типа. В резонатор проходного типа СВЧ энергия поступает из генератора через согласующий трансформатор и диафрагму с отверстием связи. Далее сигнал снимается петлей связи, которая закреплена на модифицированном разъеме SMA (рис. 2, б). Из этого можно сделать вывод, что при исследовании ЭПР исключается искажение согласующим трансформатором полезного сигнала. Поэтому использование такой схемы в исследовании ЭПР предпочтительнее.

Для регистрации ЭПР сигнала были разработаны: система регистрации Sonic и схема программного управления спектрометром «КВАРК». В системе Sonic использовались: интегрированная звуковая карта ПК Realtek ALC650/655 и усилитель звуковой частоты Microlab Multimedia Audio Amplifier PRO 2.

Методика исследования низкочастотных электрических сигналов малых амплитуд (до 2 В) от различных устройств с использованием звуковой карты ПК давно известна и хорошо отработана (например [4]). Развитию этой методики способствует разработка специальных программ, работающих со звуковой картой.

Выбор звуковой карты компьютера в качестве синхродетектора оправдан тем, что: ее чувствительность составляет единицы микровольт, что является достаточным для детектирования сигнала ЭПР от наноразмерных структур, и 16-битная разрядность АЦП дает разрешение сигнала такое, как и в большинстве современных цифровых приборов, работающих с аналоговыми сигналами. Также звуковая карта одновременно выполняет функцию низкочастотного генератора для формирования модуляционного сигнала звуковой частоты.

Для использования звуковой карты ПК в качестве синхродетектора применена известная схема модуляции магнитного поля (см. напр. [1]), блок-схема которой приведена на рис. 3. Генерируемый звуковой картой синусоидальный сигнал ~ 1 кГц проходит через усилитель звуковой частоты 1 и поступает на катушки 2 электромагнита. В ходе эксперимента сигнал с детектора 3 поступает на линейный вход или, если амплитуда сигнала менее 3 мВ, на микрофонный вход звуковой карты 4 (рис. 3). Величина входного сигнала не должна превышать значения, определяемого производителем звуковой карты. Формирование производной спектра ЭПР осуществляется путем наложения опорного и измеренного сигналов. После этого, в ходе компьютерной обработки, производится быстрое преобразование Фурье сигнала [5], из которого выделяется частота модуляции катушек. Амплитуда сигнала на частоте модуляции является измеряемой величиной, которая выводится на экран ПК (рис. 3, б) в виде производной линии поглощения (в дифференциальном формате $\partial I / \partial H = f(H)$).

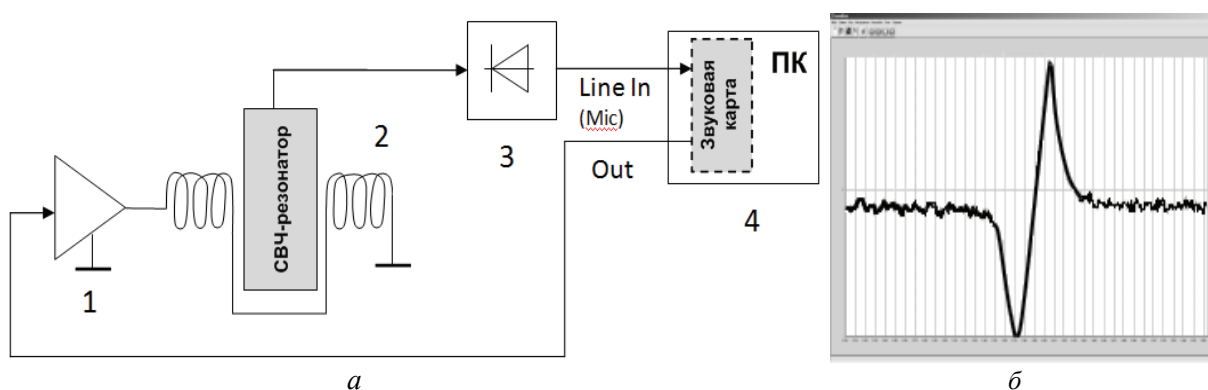


Рис. 3. Блок-схема экспериментальной установки (а) и интерфейс программы (б)

Оценки чувствительности системы «Sonic»

Для оценки чувствительности описанного выше магнитного радиоспектрометра на частоте 10 ГГц был проведен реперный эксперимент по регистрации линии ФМР в пленке пермаллоя толщиной 8 нм с помощью системы Sonic и с помощью спектрометра на базе преци-

зионного векторного анализатора цепей Agilent NA5230A. Интегральная форма линии, полученная с помощью векторного анализатора цепей Agilent приведена на рис. 4, а, а дифференциальная, зарегистрированная с помощью системы Sonic – на рис. 4, б.

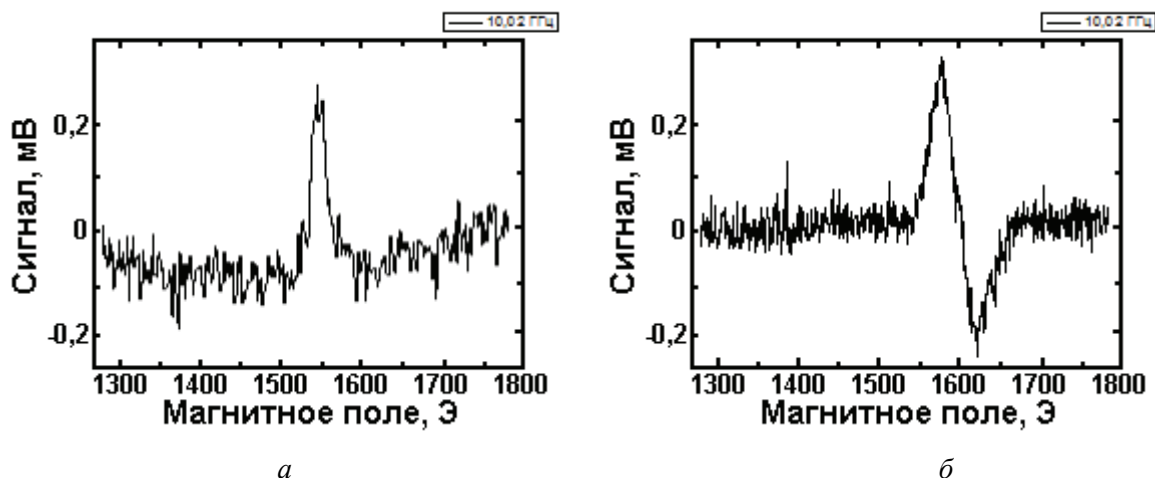


Рис.4. Спектр ферромагнитного резонанса в реперном объекте, полученный с помощью: а – векторного анализатора цепей Agilent; б – с помощью системы Sonic

Как видно из рис. 4, отношение сигнал-шум ЭПР, зарегистрированный с помощью звуковой карты компьютера и с помощью векторного анализатора цепей Agilent сравнимо. Повторные эксперименты с различными контрольными образцами показали, что чувствительность спектрометра «КВАРК» составляет приблизительно 10^{15} спинов. Стоит заметить, что данная цифра не является теоретическим пределом, и оптимизацией схемы можно достичь чувствительности на 1-2 порядка выше.

Отметим, что ресурсы звуковой карты не предоставляют возможности широкого ее применения в спектроскопии, но в некоторых случаях могут показать неплохие результаты по сравнению с измерительными средствами такого же действия.

Выводы

1. Разработана система регистрации сигнала электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) «Sonic» на основе звуковой карты ПК.
2. Разработано программное управление схемой модуляции магнитного поля спектрометра ЭПР, в которой роль генератора выполняет звуковая карта ПК.
3. Проведено сравнение результатов измерений регистрации сигнала ЭПР «Sonic» и спектрометра на базе векторного анализатора цепей Agilent NA5230A. Показано, что использование звуковой карты в качестве синхродетектора дает ряд преимуществ, а именно:
 - звуковая карта компьютера интегрирована, как правило, в ПК, и поэтому не требует вспомогательного оборудования и специальных знаний по эксплуатации;
 - звуковая карта ПК не пропускает паразитные сигналы, имеющие постоянную составляющую;
 - обеспечена чувствительность аппаратуры $10^{13}..10^{15}$ спинов, что является достаточным для исследования магнитных наноструктур.

Список литературы: 1. Пул, Ч. Техника ЭПР-спектроскопии. – М. : Мир, 1970. – С.557. 2. Tarapov, S.I., Machekhin, Yu. P., Zamkovoy, A.S. Magnetic Resonance for Optoelectronic Materials Investigating // Kharkov : Collegium, 2008. – С.144. 3. Недух, С. В. Магнитный радиоспектроскопический комплекс «Кварк» миллиметрового диапазона длин волн // Радиофизика и электроника. – 2008. – Т 13, №1. – С. 125-129 4. Козлов, С. Еще раз о звуке. [http:// www.delphikingdom.com](http://www.delphikingdom.com). 5. Бадло, С. Г. Быстрое преобразование Фурье. Практика использования. – <http://raxp.radioliga.com>