

图6 K, M 和 G 的脉冲相位关系图

当  $I_0$  为零而  $I_{SEM} \approx 0$  的现象。经观察,这是由于 K, M 和 G 三者相位调整不合适所致,因为,当电子枪相位滞后于正常注入相位(图6)时,就会有一部分电子(图6中阴影部分)在无场加速的情况下穿过加速器直接打在 SEM 的 Al 箔上,产生次级电子引起  $I_{SEM}$  计数并叠加在正常的计数上,引起记录误差。而当电子枪注入相位完全离开正常注入相位时,注入电子全部得不到加速。这些低能电子可在 SEM 的 Al 箔上产生次级电子,但穿透不过输出窗,因而出现  $I_0 = 0$  而  $I_{SEM} \approx 0$  的现象。

为了克服由于这种现象引起的误差,先后采用了两种方法。一是先把加速器调整到最佳状态,然后通过改变电子枪发射电流来控制  $I_0$ ;二是在加速器与 SEM 间加一层适当厚度的隔离窗,或采用独立的 SEM 真空系统。两种方法均达到了消除  $I_0 = 0$  而  $I_{SEM} \approx 0$  现象的目的。

## 四、结 论

1. 无论是与加速器同一真空还是独立真空系统, Al 箔的 SEM 都具有很好的线性关系、较高的效率、与电子能量无明显关系、无饱和现象、不破坏束流其它性能,除此之外,还有结构简单、造价低廉、Al 抗辐照性能强,因此可说 SEM 是一个较理想的平均流强监测器。

2. 实验观察到镀银的 Mylar 膜亦有良好性能。尽管它的效率、抗辐照能力不如 Al 箔,但是它有机机械强度高和易于成形的优点,可根据需要做成多栅型 SEM,监测束流传输过程中的截面与发射度<sup>[6]</sup>。这是一个值得注意的问题。

实验过程中,“30MeV”组林少波同志为提供束流也作了不少工作,董玉兰同志帮镀了 Mylar 膜,科大 80 届毕业生陆善良同志参加过初期实验工作,谨致谢意。

## 参 考 文 献

- [1] G. W. Tautfest, H. R. Fechter, *Rev. Sci. Instr.*, **26** (1955), 229.
- [2] E. P. Balsamo et al., *Nucl. Instr. Meth.*, **55** (1967), 339.
- [3] V. J. Vanhuyse et al., *Nucl. Instr. Meth.*, **15** (1962), 59.
- [4] V. J. Vanhuyse et al., *ibid.*, 63.
- [5] P. M. Lapostolle, A. L. Septier, *Linear accelerator*, North-Holland publishing Company-Amsterdam, (1970), 224.
- [6] R. Anne et al., *IEEE Trans. Nucl. Sci.* NS-24 (1977), 1754.

# 核四极共振的超再生检测方法

潘麟章 俞永勤

(华东师范大学物理系)

## 一、前 言

自 1950 年 Dehmelt 和 Krüger<sup>[1]</sup> 最早发现多晶二氯乙烯中  $^{35}\text{Cl}$  和  $^{37}\text{Cl}$  的核四极共振

(Nuclear Quadrupole Resonance——NQR) 谱以来, NQR 的理论、检测方法和应用一直在发展中<sup>[2-6]</sup>。作为射频段波谱学的一个分支, NQR 对研究晶体中原子核的电四极矩和核处电场梯度的相互作用特别有效。通过检测 NQR 信号,

可以研究分子化学键,分子运动,晶体的缺陷和应力等,因此,NQR 可以作为分析分子结构和晶体结构的一种有效方法。

目前, NQR 只限于研究固体样品以及部分气态样品,与固体中核磁共振(NMR)谱线相仿,固体中 NQR 谱线的线宽非常宽( $10^2-10^4\text{Hz}$ ),这导致 NQR 信号十分微弱。另一方面,NQR 的共振频率主要取决于晶体的内电场梯度,同一类核在不同的分子结构中所处的电场梯度可以差别很大,这就使同一类核的共振频率分布范围很广。因此,对 NQR 的检测系统具有高灵敏度和宽频带这两个基本要求。

NQR 信号的检测方法有稳态法和瞬态法两类。稳态法包括再生式和超再生式两种。前者多用研究线型,因其检测的线型失真小,但灵敏度低,后者的灵敏度很高,多用于发现未知谱线,但线型畸变大。瞬态法的 NQR 谱仪类似于 NMR 自旋回波谱仪,它较适合于研究线宽较大、弛豫时间较长的样品。最近发展起来的“脉冲傅里叶变换核四极共振”(PFI-NQR)技术更能满足 NQR 高灵敏度和宽频带的检测要求<sup>[7]</sup>,但谱仪系统结构比较复杂。超再生式的 NQR 谱仪由于结构比较简单,灵敏度较高,目前仍在不断改进中<sup>[8]</sup>,并依旧获得较广的应用。

## 二、超再生振荡检波器

超再生式 NQR 波谱仪的结构如图 1 所示。谱仪的核心是超再生振荡检波器,它既是发射

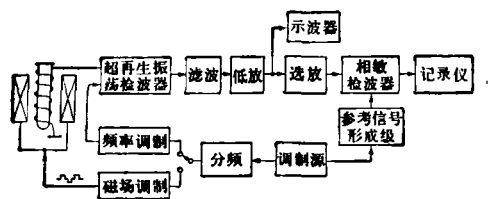


图 1 超再生 NQR 谱仪框图

机,对核系统进行激发;又是接收机,检测 NQR 信号。这里介绍两个已通过实践证明有效的实际电路。

图 2 是氮频段(2—5MHz)的线路,图中 bc4 是振荡管,振荡电路属电容三点式, $L_1$  和  $C_1-C_6$  形成振荡回路。线圈  $L_1$  内安置试样。 $C_4$  是振动物电容,作为调频元件,驱动电压来自调制信号源。 $C_4$  也可用变容管代替。其自猝灭频率  $f_0$  主要由栅极电容  $C_7$  和栅极电阻  $R_g(R_1 + R_2)$  两者决定。板极电源电压可高至

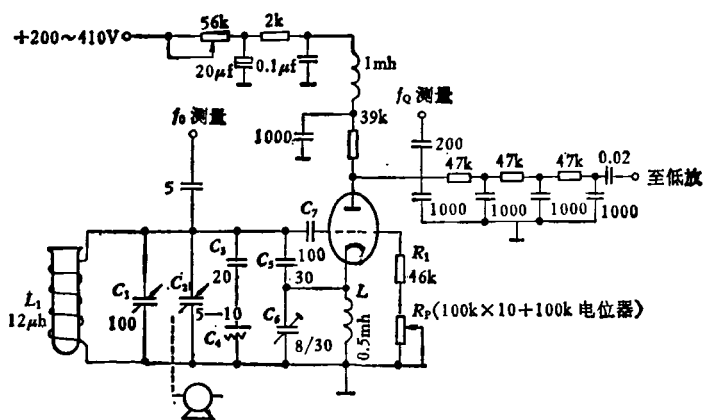


图 2 氮频段超再生振荡检波器

400V,射频饱和和振幅可达 70V。板极输出处有三级 RC 电路,滤除猝灭频率成分,然后将 NQR 信号输至低放电路。一般  $^{14}\text{N}$  的 NQR 信号要用选放、相检和记录仪来检测其谱图。在氮频段的低频端, $L_1$  和  $C_3, C_5, C_6$  的数值要增大一些。

决定超再生电路检测灵敏度的关键是其工作状态应调整在“临界相干”状态<sup>[9]</sup>。超再生振荡是间歇式振荡,间歇振荡周期又称猝灭周期。所谓“相干”状态,就是后一猝灭周期的射频振荡由前一猝灭周期射频振荡的残余振幅所激发,这样前后各猝灭周期内射频振荡的相位维持恒定的关系。如果每一猝灭周期的振荡都衰减到零,每一猝灭周期中的振荡都独立地由噪声激发,称振荡是不相干的。在相干振荡的情况下,检波后输出噪声较小。“临界相干”就是将振荡器的工作状态调节到使衰减到最小的残留射频电压,比 NQR 信号电压为小,但比噪声



级运算放大器组成，放大倍数  $5 \times 10^3$ ，带宽 5kHz。选放级由二级运算放大器和 RC 双 T 选频网络组成，放大倍数可调，最大为  $10^4$ ，中心频率 64Hz，带宽约 1Hz。调制频率源由 32.768kHz 的钟表晶振和 CMOS 集成分频器构成，输出 64Hz 方波，经分频滤波放大，再获得 32Hz 正弦波的频率调制信号。64Hz 方波即为相检波器需要的参考信号。相移器和锁相放大器都由运算放大器组成。反对称方波调制磁场由塞曼调制器产生<sup>[11]</sup>，其触发频率也来自调制频率源，一对调制线圈配置在试样线圈两侧。两线圈的间距大致等于线圈的平均直径。

### 三、实验方法及结果

应用图 4 的场效应管氯频段超再生振荡检波电路，检测了  $\text{NaClO}_3$  和  $\text{KClO}_3$  等样品中  $^{35}\text{Cl}$  的信号。图 5 是  $\text{NaClO}_3$  中  $^{35}\text{Cl}$  的大调制信号。图 6 是  $\text{KClO}_3$  中  $^{35}\text{Cl}$  的记录信号。

使用图 2 的氮频段超再生振荡检波电路，曾检测到若干含  $^{14}\text{N}$  的化合物中 NQR 谱线，并在三甲撑三硝基胺 (RDX) 中首次发现两组 NQR 谱线<sup>[12]</sup>。图 7 和图 8 分别为该样品两组谱线中较强的二条谱线的记录谱图。由于超再生振荡是断续振荡，因此它的频谱包含丰富的谐波分量。在中心频率两侧有一系列的边频，频率间隔为猝灭频率。

超再生 NQR 谱仪在大范围扫描频率搜索未知 NQR 频率谱线时，相干状态在变化，调频幅度的要求也不同。问题的关键在于扫频过程中如何始终保持谱仪的检测灵敏度。在超再生谱仪中，为了简化测量装置，以氮频段为例可用

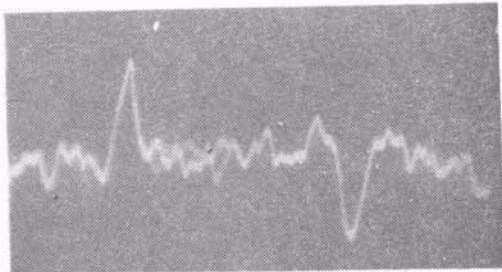


图 5  $\text{NaClO}_3$  中  $^{35}\text{Cl}$  的 NQR 大调制信号

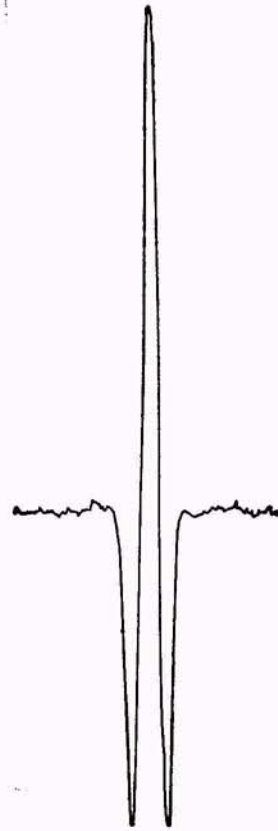


图 6  $\text{KClO}_3$  中  $^{35}\text{Cl}$  的记录信号

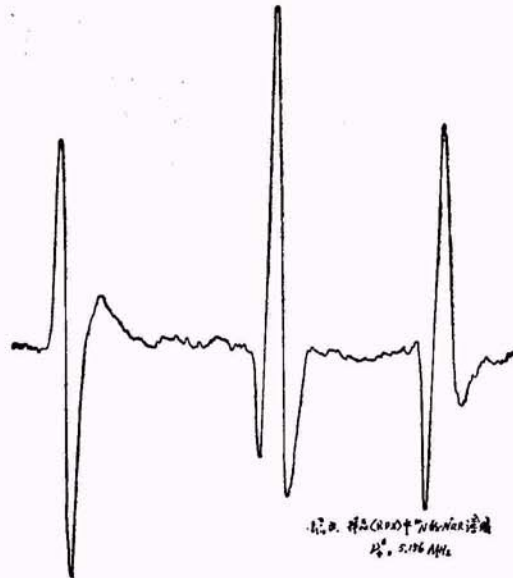


图 7 RDX 中  $^{14}\text{N}$  的 NQR 谱 ( $\nu_{\text{N}}' = 5.156\text{MHz}$ )

如下的方法调整谱仪的检测灵敏度。把氮核的 NQR 频率范围划分为若干频段，每隔



图8 RDX中<sup>14</sup>N的NQR谱 ( $\nu' = 3.42\text{MHz}$ )

0.5—1MHz 选一、二种已知 NQR 频率的试样, 测得其 NQR 信号, 仔细调节相干状态及调频幅度, 使其达到最佳信噪比, 即这个频段内已调到最佳工作状态, 再代入未知 NQR 频率的试样, 在这一频段内进行搜索 NQR 信号。

表 1 为 20—40MHz 频率范围内检验谱仪常用的含氯化物中 <sup>35</sup>Cl, <sup>37</sup>Cl 的 NQR 频率。

表 2 所示为 2—5MHz 频率范围内检验谱仪用的含氮化合物中 <sup>14</sup>N 的 NQR 频率以及本文介绍的超再生谱仪测得的 S/N 数值。

由于超再生振荡检波器在低频段 (2.5MHz 以下) 的灵敏度急剧降低, 表 2 中 2—2.5MHz 频段没有检测到尿素中 <sup>14</sup>N 的 NQR 信号。号一原因是尿素中 <sup>14</sup>N 的弛豫时间很长<sup>[13]</sup>, 由于超再生振荡器的射频电平很高, 导致饱和效应。因此超再生法不适用于测量长弛豫时间的核试样。

大部分核的 NQR 谱线位于无线电射频波段, 检测谱线时极易受到外界射频干扰; 此外, 某些晶体样品在一定幅度和频率的射频波幅照下会出现一种所谓“压电效应”, 上述情况都会检出很强的伪 NQR 信号<sup>[14]</sup>。

在实际测量中如何检验检测到的 NQR 谱线的真伪呢? 最简单的方法是搜索到谱线后取出

表 1 常用含氯化物中 <sup>35</sup>Cl 和 <sup>37</sup>Cl 的 NQR 频率

检验用的核试样	氯核同位素	文献报道的 NQR 频率
氯酸钠 NaClO <sub>3</sub>	<sup>35</sup> Cl	29.921MHz (室温)
	<sup>37</sup> Cl	23.603
氯酸钾 KClO <sub>3</sub>	<sup>35</sup> Cl	28.139
	<sup>37</sup> Cl	22.204
二氯化锑 SbCl <sub>3</sub>	<sup>35</sup> Cl	20.443
	<sup>37</sup> Cl	19.191
对二氯苯 P-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	<sup>35</sup> Cl	34.294
氯酸钡 Ba(ClO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O	<sup>35</sup> Cl	29.328

试样线圈中的被测样品再重复扫描检测一次, 仍观察到有“谱线”出现时, 则必是干扰信号。最有效的判断方法是基于塞曼 (Zeeman) 分裂的磁场效应原理, 就是垂直于试样线圈轴线加上一适当数值的直流磁场, NQR 谱线将分裂变宽而消失在噪声中; 如果不是 NQR 信号, 就没有这种磁场效应。对于超再生法, 还有一个判断真伪 NQR 的方法。因超再生谱仪检出的谱线, 除主峰外, 相邻侧峰的极性都是相反的, 见图 7—8。对于干扰信号, 不论来自外部的射频干扰和晶体内部的压电效应, 相邻峰都是同极性的。

超再生谱仪在检测到 NQR 信号后, 就要测

表2 常用含氮化合物中  $^{14}\text{N}$  的 NQR 频率

频段 (MHz)	核 试 样	文献报道的 NQR 频率 (MHz)	本文谱仪测试的 S/N
2—2.5	尿素 $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$	2.292(21°C)	
2.5—3	对氯苯胺	2.7694(19°C)	40
3—3.5	对氯苯胺 乌洛托品 $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$	3.2645(19°C) 3.3062(26.6°C)	50 100
3.5—4	亚硝酸钠 $\text{NaNO}_2$	$\nu_- = 3.757(77\text{K})$	65 (室温时)
4—5	亚硝酸钠 $\text{NaNO}_2$	$\nu_+ = 4.929(77\text{K})$	40 (室温时)

量其共振频率(即振荡器的频率)。首先由于超再生振荡器工作于间歇振荡状态,要准确测定其振荡频率,必须配置特殊的测频设备;其次超再生法对某一频率的 NQR 信号会检出一系列除主峰以外的侧峰,在一系列谱峰中确定主峰后,才能测量其频率。

零拍法测量 NQR 频率及判断主峰在超再生振荡器中是这样运用的。选定一 NQR 信号峰为主峰,与高频发生器的信号差拍对齐后,改变一下猝灭频率  $f_0$ ,再扫频检测此信号,该信号峰在改变  $f_0$  前后不应移动位置。若移动,则该信号峰不是主峰,再另选主峰。因主峰是中心线,不依赖于猝灭频率  $f_0$  的改变而移动位置的。

由于超再生谱仪固定主峰的困难,以及超再生振荡器的中心频率和猝灭频率有关,所以其 NQR 频率测量精度较低,一般不优于  $\Delta\nu/5$ ,  $\Delta\nu$  为谱线宽度。

### 参 考 文 献

[1] H. G., Dehmelt., H., Kruger *Naturwissenschaft-*

*ten*, **37** (1950), 111.  
 [2] T. P. Das, E. L. Saha, *Nuclear Quadrupole Resonance Spectroscopy, Solid State in Research and Application, Supplement I, Academic press, (1958).*  
 [3] E. A. C. Lucken, *Nuclear Quadrupole Coupling Constants, Academic Press, (1969).*  
 [4] *Advance in Nuclear Quadrupole Resonance, Vol. 1—4 (1974—1980), Edited by J. A. S. Smith, Heyden.*  
 [5] J. A. S. Smith, D. A. Tong, *J. Phys. E.*, **1**(1968), 8—14.  
 [6] V. H. Subramanian et al., *J. Phys. E*, **14** (1981), 870—874.  
 [7] J. C. Harding et al., *J. Mag. Res.*, **36**(1) (1979), 21—33.  
 [8] V. Harihara Subramanian et al., *J. Phys. E*, **14** (1981), 870.  
 [9] 邬学文, *华东师范大学学报(自然科学版)*, **1** (1965), 39.  
 [10] 潘麟章、俞永勤, *仪器仪表学报*, **4-2**(1983), 206—212.  
 [11] R. J. Carpenter, et al., *J. Phys. E*, **3-11** (1970), 922.  
 [12] 潘麟章、俞永勤, *物理学报*, **28**(1979), 447.  
 [13] C. T. O. Kanski, et al., *J. Chem. Phys.*, **51** (1969), 461.  
 [14] Lucien Guide, *Ann. Phys.*, **7**(1962), 177.

## 一种辐射的正弦调制器设计

李学全 张绍举 李建林

(昆明物理研究所)

红外探测器  $D^*$  参数<sup>[1]</sup>测量装置中,黑体辐射调制为正弦调制,而常用的圆光栏和扇形齿调制盘构成的调制器为非正弦调制。本文介绍一种正弦调制器的设计方法。

辐射调制器由光栏和调制盘组成,正弦调制器设计可归结为正弦光栏设计。因通过光栏的辐射强度与光栏面积的大小成正比,只要设计制造一面积按正弦规律变化的正弦光栏,调