

УДК 681.396

В. Д. Карпенко, Н. О. Ковальчук, А. М. Леновенко, С. Д. Солод, А. Г. Суворов

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ ЯДЕРНО-КВАДРУПОЛЬНОЙ РЕЗОНАНСНОЙ ТЕРМОМЕТРИИ УКРАИНЫ

Приведены сведения по разработкам приборов ядерно-квадрупольной резонансной термометрии на ГП "КБ "Южное" и других предприятиях Украины. Проанализированы проблемы, возникающие при создании эталонных широкодиапазонных ядерно-квадрупольных резонансных измерителей температуры, пути их преодоления и возможности усовершенствования за счет применения современной интегральной электроники. Показано, что методы построения приборов на основе ядерно-квадрупольного резонанса, предложенные и реализованные в Украине, не уступают зарубежным.

Наведено відомості щодо розроблення приладів ядерно-квадрупольної резонансної термометрії на ДП "КБ "Південне" та інших підприємствах України. Проаналізовано проблеми, що виникають під час створення еталонних широкодіапазонних ядерно-квадрупольних резонансних вимірювачів температури, шляхи їх подолання та можливості вдосконалення за рахунок застосування сучасної інтегральної електроніки. Показано, що методи побудови приладів на основі ядерно-квадрупольного резонансу, запропоновані й реалізовані в Україні, не поступаються зарубіжним.

The information is presented on the development of nuclear quadrupole resonance thermometry instruments at Yuzhnoye SDO and other Ukrainian companies. The problems are analyzed arising at the creation of standard wide-band nuclear quadrupole resonance temperature meters, the ways to overcome them, and the possibilities of improving due to the use of modern integrated electronics. It is shown that the methods of building the instruments based on nuclear quadrupole resonance proposed and implemented in Ukraine are not inferior to the foreign ones.

Введение

Ядерный квадрупольный резонанс (ЯКР) впервые был обнаружен и описан немецкими физиками Демельтом и Крюгером в 1950 г. В 1951 г. ими же найдена существенная зависимость частоты ЯКР от температуры в некоторых кристаллических материалах [1]. В том же году Байер создал теорию температурной зависимости частоты ЯКР [2].

Физическое явление ядерного квадрупольного резонанса обусловлено взаимодействием сферически несимметричного ядра атома с неоднородным электрическим полем окружающих его электронов. Мерой отклонения распределения заряда ядра от сферического является ядерный электрический квадрупольный момент.

В настоящее время ядерно-квадрупольный резонанс привлекает внимание разработчиков высокоточных (на уровне эталона) средств измерения и стабилизации температуры, а также при реализации стандартов частоты с нулевой деграцией параметров во времени [3].

На первых этапах, начиная с 1957 г., появилось множество публикаций в различных странах по изучению возможности построения ЯКР-термометров. Вследствие значительных трудностей методического и схемотехнического характера и отсутствия электронной базы современного уровня для практической реализации данной идеи количество разработчиков резко уменьшилось.

Целенаправленные исследования по созданию эталонных средств измерения температуры на базе ядерного квадрупольного резонанса были сконцентрированы в Японии и США при тесном сотрудничестве с Канадой [4–6]. В результате в 1971–1984 гг. в Японии [7, 8] и США [6] были созданы промышленные образцы эталонных ЯКР-термометров, аттестованных национальными бюро стандартов (НБС) этих государств. В качестве термочувствительного материала в сенсорах использовался очищенный хлорат калия $KClO_3$, калибровочная характеристика которого была определена в диапазоне 77–400 К с точностью ± 1 мК в Национальной исследовательской метроло-

гической лаборатории Японии (НИМЛ). После сличения с результатами, полученными США (НБС), калибровочная характеристика была опубликована в открытой печати [9, 10].

История создания ЯКР-термометра в Украине

В Украине работы по ядерно-квадрупольной резонансной термометрии были начаты в 1971 г. во Львовском государственном университете (ЛГУ) и сразу привлекли внимание Военно-промышленного комплекса. В 1982 г. при НПО "Термоприбор" была создана группа из выпускников ЛГУ, которая разработала ЯКР-термометр (ТН-Ц021). В качестве чувствительного элемента для сенсора использован КСiO_3 .

Полноценные работы были развернуты в 1985 г. на ГП "КБ "Южное" совместно с СКТБ "Магنون", созданным при Львовском госуниверситете им. И. Франко с целью разработки высокоточных средств измерения и стабилизации (регулирования) температуры, ориентированных на продукцию КБ "Южное".

Для систем терморегулирования ракетного комплекса в 1990 г. КБ "Южное" разработан комплект оборудования на базе ядерного квадрупольного резонанса, обеспечивающего измерение и стабилизацию температуры. Изготавливали детектор и преобразователь ядерно-квадрупольного резонанса этого комплекта в соответствии с техническими условиями 00.6327.3776.0000.00.0 ТУ и конструкторской документацией, откорректированной по результатам испытаний и изготовления опытной партии.

В 1991 г. финансирование опытно-конструкторских работ по ЯКР-термометрии, которые выполнялись в СКТБ "Магنون" в интересах ГП "КБ "Южное", было прекращено. Работы продолжились на уровне фундаментальных исследований с финансированием по линии оборонного отдела Академии наук Украины. В 1995 г. в СКТБ "Магنون" осуществляется полная конверсия научных исследований и разработок для нужд народного хозяйства.

После ликвидации СКТБ "Магنون" в 2004 г. работы по разработке ЯКР-

термометра были продолжены в ООО "Научно-производственный центр "Метрология". В 2007 г. был разработан и реализован термометр ЯКРТ-5М на уровне технического проекта с изготовлением трех опытных образцов, которые прошли полный цикл промышленных испытаний и были аттестованы на уровне рабочего эталона первого разряда Национальным научным центром "Институт метрологии" (г. Харьков) [11]. В качестве термочувствительного материала был использован КСiO_3 с японской калибровочной характеристикой [9, 10].

Прибор состоит из выносного сенсора с детектором ЯКР и блока аналогово-цифровой обработки сигналов с цифровым дисплеем и интерфейсом связи с внешним компьютером.

Эталонный квантовый ЯКР-термометр ЯКРТ-5М относится к нестандартному оборудованию и серийно не выпускается, а только по заказу.

На базе термометра ЯКРТ-5М создан автоматизированный измерительный комплекс для калибрования, проверки и аттестации средств измерения температуры. С помощью этого комплекса по договору с ГП "КБ "Южное" предприятие "ООО "НПЦ "Метрология" выполняло исследование метрологических характеристик термоконтакторов (отклонение температуры срабатывания не более $\pm 0,2^\circ\text{C}$) с целью подтверждения возможности продления срока эксплуатации этих элементов в составе системы терморегулирования ракетного комплекса.

На базе термометра ЯКРТ-5М создан автоматизированный широкодиапазонный метрологический комплекс для аттестации средств измерения температуры с точностью ± 1 мК. Метрологический комплекс является составной частью государственной поверочной схемы Государственного предприятия "Научно-исследовательский институт метрологии измерительных и управляющих систем" (ГП "НИИ "Система"). Использование метрологического комплекса позволило существенно повысить качество метрологической аттестации и калибровки средств измерения температуры, при этом производительность труда в де-

сятки раз выше по сравнению с традиционными эталонами на платиновых терморезисторах [12].

Внедрение ядерно-квадрупольных термометров может решить проблему контроля и стабилизации температуры с высокой точностью (до ± 1 мК) при нулевой нестабильности во времени, т.е. не требуя поверочных работ при длительной эксплуатации, например, в условиях космического базирования.

ЯКР-термометр, сенсор которого термостатирован в реперной температурной точке МТШ-90, например в точке плавления галлия или тройной точке воды, представляет собой стандарт частоты. Это дает возможность решить множество проблем, связанных с временной нестабильностью опорных кварцевых генераторов радиоэлектронного оборудования высокоточных вооружений и др.

Частотный информационный сигнал ЯКР-термометров существенно облегчает применение телеметрии в информационных системах.

В настоящее время единственным предприятием в Украине, способным продолжить работы по развитию и внедрению ЯКР-термометрии в различных сферах производства и науки, является ООО "Научно-производственный центр "Метрология". Коллектив предприятия владеет методикой построения приборов на основе ЯКР, которые не уступают зарубежным.

Составные части и особенности изготовления ЯКР-термометра

Ядерно-квадрупольный резонансный термометр состоит из пяти основных функциональных блоков: сенсора, детектора ЯКР, блока обработки сигнала ЯКР и формирования служебных сигналов, блока измерения частоты ЯКР с преобразованием последней в температуру и выдачей результата на табло индикатора, интерфейса связи с внешними устройствами.

Сенсор ЯКР-термометра

В ООО "НПЦ "Метрология" разработана методика изготовления и оптимизации параметров сенсора, который должен удовле-

творять требованиям, предъявляемым к высокочастотному волноводу, и одновременно требованиям теплотехники – низкой теплопроводности коаксиального соединителя контейнера, заполненного термочувствительным материалом, с детектором ЯКР. В то же время с целью снижения тепловой инерционности сенсора конструкция контейнера должна обеспечивать при минимальной суммарной теплоемкости высокую теплопроводность и хороший контакт с чувствительным элементом измеряемой среды. Эти требования, как правило, противоречивы и требуют оптимизации.

При изготовлении сенсора с термочувствительным элементом из $KClO_3$, отвечающего перечисленным требованиям в широком диапазоне температур 77–400 К, невозможно обойтись без лазерной сварки, так как пайка не выдерживает криогенных температур.

Детектор ЯКР

Детектор ядерно-квадрупольного резонанса представляет собой сложное электронное устройство и является основным блоком ЯКР-термометра. Детектор одновременно выполняет функции возбуждения и детектирования сигнала ЯКР, который, как правило, ниже уровня шумов, что требует применения электронных элементов с низкими собственными шумами и модуляционных методов детектирования сигнала.

Схема детектора представляет собой высокочастотный, стабилизированный по амплитуде и перестраиваемый по частоте генератор, частота которого модулируется низкочастотным гармоничным сигналом. Модуляционный метод детектирования ЯКР-сигнала с последующим синхронным выделением из шумов вызван очень низким уровнем самого сигнала. Основная сложность при реализации этого метода заключается в том, что частотная модуляция генератора-детектора всегда сопровождается паразитной амплитудной модуляцией, синфазной с сигналом ЯКР, изменяющейся по амплитуде в диапазоне частотной перестройки, и после синхронной обработки накладывается на полезный сигнал. Проблема разделения этих сигналов во всех

зарубежных разработках ЯКР-термометров решается на уровне изобретений.

Предложено много схемных способов компенсации паразитной модуляции, но всегда остается риск неполной компенсации или перекомпенсации при перестройке в широком диапазоне измеряемых температур. Паразитная модуляция создает на выходе синхронного детектора изменяющуюся по значению однополярную составляющую, которая накладывается на дискриминационный сигнал фазовой автоподстройки частоты (ФАПЧ) и препятствует построению точной системы привязки к середине резонансной линии ЯКР, что вносит погрешность в процессе измерения температуры.

Нами предложен динамический метод отделения сигнала ЯКР от сигнала паразитной модуляции, позволяющий полностью устранить влияние паразитной модуляции на точность ФАПЧ, и слежения за резонансной линией ЯКР [11]. Суть метода заключается в использовании существенного отличия электромагнитной инерционности ядерной резонансной системы $\tau_{\text{ЯКР}}$ и резонансной характеристики ЯКР-детектора $\tau_{\text{дет}}$, т. е.

$$\tau_{\text{ЯКР}} \gg \tau_{\text{дет}}$$

Для реализации этого метода высокая частота детектора модулируется низкочастотным гармоничным сигналом, при котором условия квазистационарности для детектора ЯКР выполняются, а для ядерной системы не выполняются. Гармоничная форма модуляционного напряжения выбрана с целью ликвидации переходных процессов, возникающих при импульсной модуляции. Частота низкочастотной модуляции и девиация несущей частоты выбраны равными половине ширины резонансной характеристики ЯКР в KClO_3 , т. е. $f_m = 500$ Гц. При таких параметрах модуляционных сигналов получается максимальное значение первой производной от резонансной линии ЯКР, с помощью которой выполняется синхронизация частоты генератора-детектора ЯКР с частотой ядерно-квадрупольного резонанса. Для такой частоты модуляции при прохождении через резонансную характе-

ристику ЯКР в результате нарушения условий квазистационарности гармоничный сигнал ЯКР на выходе детектора будет сдвинут по фазе на угол 45° относительно модуляционного напряжения (обобщенная расстройка $\xi = 1$). В то же время сигнал паразитной модуляции будет синфазным с модуляционным сигналом, так как для резонансной характеристики генератора-детектора условия квазистационарности выполняются ($\xi = 0$).

Сигнал ядерно-квадрупольного резонанса, сдвинутый по фазе, можно разложить на две составляющие – синфазную и ортогональную по отношению к модуляционному. При подаче на опорный вход синхронного детектора сигнала, ортогонального к модуляционному, на выходе детектируется чистая первая производная от резонансной характеристики ЯКР без паразитного сигнала.

Такой сигнал является идеальным для реализации схемы привязки и слежения за частотой ЯКР. В настоящее время предложенная методика детектирования сигнала ЯКР является самой совершенной в сравнении с существующими.

Информационным сигналом является частота, которая с помощью внутреннего частотомера представляется двоично-десятичным кодом и поступает к внутреннему микропроцессору, где по аппроксимирующему полиному формируется код управления цифровым дисплеем. Одновременно код частоты поступает на интерфейс связи с внешним компьютером или другими устройствами. Точность и временная стабильность обеспечиваются высококачественным внутренним кварцевым генератором или внешним опорным сигналом.

Для периодического контроля частоты опорного кварцевого генератора в комплектацию ЯКР-термометра включена ампула реперной температурной тройной точки воды, в которой частота ЯКР-термометра представляет собой "стандарт частоты". В случае отклонения показаний термометра в тройной точке воды от значе-

ния 0,01 °С выполняется подстройка частоты внутреннего кварцевого генератора.

Заключение

В перспективе современные достижения интегральной микроэлектроники позволят создать детекторы ЯКР, в которых соотношение сигнал-шум можно увеличить на порядок, применив синхронизированные суперрегенеративные детекторы [13, 14]. Это, в свою очередь, открывает путь для миниатюризации приборов, использующих явление ядерного квадрупольного резонанса, а также приводит к снижению стоимости этих приборов и широкому использованию в различных технических системах.

Список использованной литературы

1. Dehmelt H. G., Krüger H. Kurze Originalmitteilungen. Kernquadrupolfrequenzen in festem Dichloräthylen // *Naturwiss.* – № 37. – 1950. – S. 111–112.
2. Bayer H. On the Theory of Spin-lattice Relaxation in Molecular Crystals // *J. Phys.* – 1951. – Vol. 129, № 4. – P. 227–238.
3. Леновенко А. М. Квантовый портативный рабочий эталон частоты / А. М. Леновенко, В. В. Паракуда, Н. О. Ковальчук // IX Міжнар. наук.-техн. конф. "Гіротехнології, навігація, керування рухом і конструювання авіаційно-космічної техніки" (Україна, Київ, 17–18 квіт. 2013 р.): збірник доповідей, Ч. 1. – К.: НТУУ "КПІ", ВПІ ВПК "Політехніка", 2013. – С. 218–223.
4. Benedek G. B., Kushida T. Precise Nuclear Resonance Thermometry // *The Review of Scientific Instruments.* – 1957. – Vol. 28, № 2. – P. 92-95.
5. Vanier J. Temperature Dependence of the Pure Nuclear Quadrupole Resonance Frequency in KClO_3 // *Canadian Journal of Physics.* – 1960. – Vol. 38, № 11. – P. 1397-1405.
6. Utton D. B. Nuclear Resonance Thermometry // *Metrologia.* – 1967. – Vol. 3, № 4. – P. 98-104.
7. NQR standard Thermometer (model 2571). Каталог фірми Yokogawa Electric Works. – Японія, 1983.
8. Ohte A., Iwaoka H. A Precision on Nuclear Quadrupole Resonance Thermometer // *IEEE Trans. on Instrum. and Measurement.* – 1976. – Vol. IM-25, № 4. – P. 357-362.
9. Ohte A., Iwaoka H. Accurate Calibration A Precision of New NQR Thermometer (203 K to 398 K Range Calibration at the NRML) // *Metrologia*, 1979. – Vol. 15, № 4. – P. 195–199.
10. Utton D. B. Sample purity and the N.Q.R. of Cl^{35} in KClO_3 at 0°C // *J. Res. NBS.* – 1967. – 71A. – P. 125.
11. Леновенко А. М., Ковальчук Н. О. Эталонний ядерно-квадрупольний резонансний термометр ЯКРТ-5М // *Наук. праці VII Міжнар. наук.-техн. конф. "Метрологія та вимірювальна техніка" (Метрологія 2010) у 2-х т., Харків, 12 – 14 жовт. 2010.* – С. 247-250.
12. Леновенко А. Вимірювальний комплекс для калібрування, перевірки й атестації засобів вимірювання температури на базі еталонного ядерно-квадрупольного термометра першого розряду ЯКРТ-5М / А. Леновенко, Б. Стадник, П. Столярчук, В. Паракуда, Н. Ковальчук // *Вимірювальна техніка та метрологія.* – Львів: НУ "Львівська політехніка", 2013. – № 74. – С. 127–132.
13. Леновенко А. М. Теоретические и экспериментальные исследования суперрегенеративных детекторов ядерного квадрупольного резонанса / Дис... канд. физ.-мат. наук. – Львов, 1971. – 136 с.
14. Василюк В. та ін. Природа сигналу в суперрегенеративних детекторах ядерного квадрупольного резонансу / Василюк В., Леновенко А., Столярчук П. // *Вимірювальна техніка та метрологія.* – 2005. – № 65. – С. 7–10.

Статья поступила 10.03.2017