

РАЗРАБОТКА ТЕРМОСТАБИЛИЗАТОРА ДЛЯ МАГНИТА И ОБРАЗЦА С ТЕРМОРЕГУЛЯТОРОМ ЯДЕРНО-МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСНОГО РЕЛАКСОМЕТРА

Нгуен Дык Ань^{1,2}, Нгуен Вьет Тьен², Нго Кьен Динь²

¹*Казанский государственный энергетический университет, Казань, Россия;*

²*Вьетнамская военно-морская академия, Нячанг, Вьетнам*

Ключевые слова: магнит, разница температуры, ядерный магнитный резонанс, теплоноситель, Пельтье, контроллер, термоблок, термоэлектрический модуль.

Аннотация. Ядерно-магнитного резонансного релаксометр является одним из приборов, использующих метод ядерного магнитного резонанса (протонного). Это современный, неразрушающий измерительный прибор, но он чувствителен к факторам окружающей среды, среди которых температура оказывает наибольшее влияние. В данной статье авторы рассматривают влияние изменения температуры на точность измерений и представляют результаты разработки устройства для стабилизации температуры магнита и образца в процессе работы портативного ядерно-магнитного резонансного релаксометра.

DEVELOPMENT OF A THERMAL STABILIZER FOR A MAGNET AND SAMPLES WITH A THERMOREGULATOR OF A NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE RELAXOMETER

Nguyen Duc Anh^{1,2}, Nguyen Viet Tien², Ngo Kien Dinh²

¹*Kazan State Power Engineering University, Kazan, Russia;*

²*Vietnam Naval Academy, Nha Trang, Vietnam*

Keywords: magnet, temperature difference, nuclear magnetic resonance, heat carrier, Peltier, controller, thermoblock, thermoelectric module.

Abstract. The nuclear magnetic resonance relaxometer is one of the devices using the nuclear magnetic resonance (proton) method. It is a modern, non-destructive measuring device, but it is sensitive to environmental factors, among which temperature has the greatest impact. In this article, the authors consider the effect of temperature changes on measurement accuracy and present the results of the development of a device for stabilizing the temperature of a magnet and a sample during operation of a portable nuclear magnetic resonance relaxometer.

Метод измерения релаксации ядерного магнитного резонанса (ЯМР или ПМР при ядро-протон) является одной из областей РЧ-спектроскопии [1, 2], в которой используются особые свойства атомного спина (протона) при возбуждении радиочастотными волнами в сильном и однородном магнитном поле. Измерение параметров релаксации спина протона позволяет нам определить физические и химические свойства образца.

Ядерный спин по существу представляет собой угловой момент, поэтому его величина зависит от внешних факторов, таких как температура или направленное электромагнитное поле. Температура может влиять на частоту прецессии ядра, равновесную намагниченность, а также скорость релаксации и диффузии. Воздействие температуры на частоту прецессии

возникает из-за тепловых изменений в ядерном экранировании [3], и её вклад в амплитуду сигнала ЯМР незначителен. Однако на практике влияние температуры на амплитуду сигнала ЯМР в обычных цепях в основном обусловлено её воздействием на равновесную намагненность и релаксацию [4].

В портативных релаксометрах ЯМР магнитное поле создаётся постоянными магнитами, которые обычно изготавливаются из сплава $NdFeB$ [5]. Плотность магнитного поля таких магнитов зависит от изменения температуры, что, в свою очередь, приводит к изменению резонансной частоты. В работе [6] показано, что зависимость резонансной частоты ЯМР от температуры окружающей среды для магнита, изготовленного из сплава $NdFeB$, описывается следующей формулой:

$$\nu_0 (\text{кГц}) = 18450 - 11,65 \cdot [t_{\text{магн}} (^\circ\text{C}) - 20].$$

Это выражение показывает, что при изменении температуры на 100°C резонансная частота изменяется примерно на величину $\Delta\nu_0 = 120 \text{ кГц}$. На рисунке 1 представлены результаты измерения полосы пропускания ЯМР-датчика в процессе передачи и приема, рассчитанный спектр ВЧ-импульса с длительностью $\delta = 10 \text{ мкс}$, а также рассчитанный диапазон резонансных частот образца, помещенного в зазор магнита при различных температурах. Результаты получены с использованием релаксометра ПМР- $NP1$ разработанного на кафедре «Приборостроение и мехатроника» КГЭУ. Компоненты, пронумерованные на рисунке 1, включают: 1 – полоса датчика при передаче 890 кГц; 2 – полоса датчика при приеме 190 кГц; 3 – спектр 10 мкс импульса $\sim 89 \text{ кГц}$; 4 – разброс частот при ширине эхо 60 мкс $\sim 20 \text{ кГц}$ при комнатной температур; 5 – разброс частот при ширине эхо 60 мкс $\sim 20 \text{ кГц}$ при $DT = +10^\circ$; 6 – разброс частот при ширине эхо 60 мкс $\sim 20 \text{ кГц}$ при $DT = -10^\circ$.

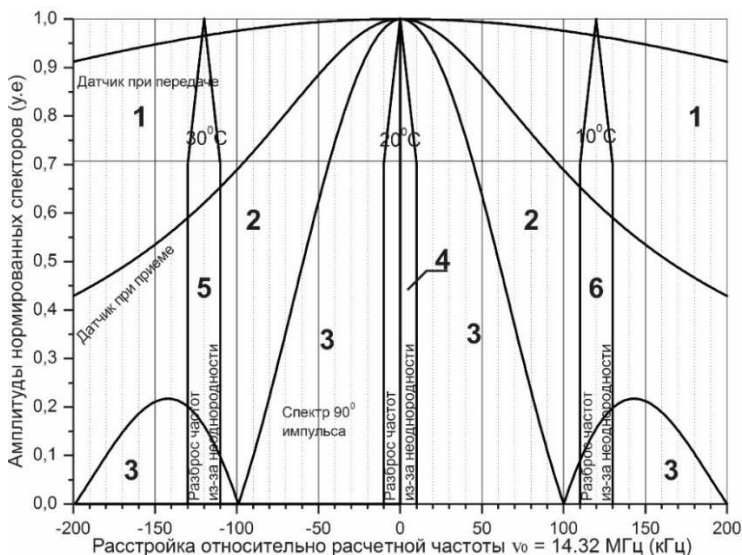


Рис. 1. Расстройка относительной расчетной частоты, кГц

Было проведено множество экспериментов с целью выявления факторов, влияющих на точность измерений. Результаты испытаний показали, что изменение плотности магнитного поля в зависимости от температуры, а также температурный градиент между образцом и магнитом являются основными факторами, влияющими на точность измерений. Поэтому, помимо реализации решений по минимизации температурной разницы между образцом и магнитом, необходимо также разработать устройство для стабилизации температуры магнита в течение всего рабочего процесса. Устройство должно обладать малой массой и компактными размерами, а также обеспечивать стабильную работу при любых суточных и сезонных изменениях температуры.

На рисунке 2 показана внутренняя структура устройства. В состав устройства входят следующие компоненты: 1 – корпус ящика; 2, 3 – термоблоки; 4 – пробирка с образцом; 5 – блок питания 12 В; 6 – магнит Гальбаха и датчик ПМР; 7 – разъем для подключения датчика ПМР к релаксометру; 8 – контроллер и установка температуры; 9 – вольтметр и амперметр; 10 – выключатель питания; 11, 12 – запасные пробирки.

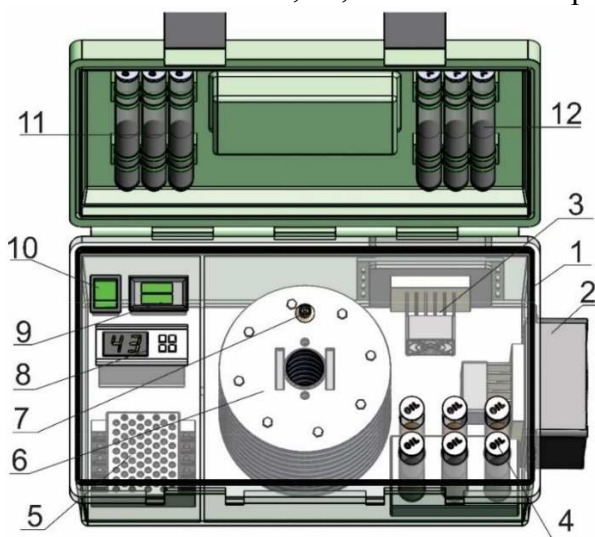


Рис. 2. Конструкция стабилизатора температуры с терморегулятором

Устройство собрано внутри переносного пластикового ящика 1, изготовленного из высококачественного ПВХ и рассчитанного на нагрузку до 20 кг. Рабочее пространство ящика 1 разделено на два изолированных отсека с помощью теплоизоляционной панели из пластика Fomex. Отсек с большим объёмом предназначен для размещения магнита 6, термоблоков 2 и 3, а также стойки для пробирок с образцами 4. Охлаждающий термоблок 2 и нагревающий термоблок 3 разработаны на основе термоэлектрических модулей, использующих эффект Пельтье. В зависимости от функции термоблока (нагрев или охлаждение) используются различные алюминиевые радиаторы. Для нагревающего (или охлаждающего) термоблока горячая (или холодная) сторона термоэлектрического модуля оснащается небольшим

алюминиевым радиатором и малым вентилятором, в то время как холодная (или горячая) сторона снабжается крупным алюминиевым радиатором и мощным вентилятором для повышения эффективности работы термоэлектрического модуля. Малый вентилятор обеспечивает циркуляцию воздуха, выполняющего функцию теплоносителя для нагрева или охлаждения оборудования в большом отсеке. Отсек с небольшим объёмом предназначена для размещения блока преобразователя питания 5 с выключателем питания 10, контроллер и установка температуры 8, вольтметра и амперметра 9. Преобразователь питания преобразует напряжение от электросети в постоянное напряжение 12 В, 5 А, подходящее для питания электрических устройств. Контроллер и установка температуры 8 обеспечивает задание стабильной температуры и управление процессом стабилизации температуры вокруг заданного значения.

Принцип стабилизации температуры вокруг заданного значения заключается в попеременной работе тепловых блоков в разные промежутки времени до достижения стабильной температуры. Контроллер используется для установки температуры и управления работой термоблоков, чтобы температура всегда оставалась стабильной вокруг заданного значения. Контроллер температуры позволяет устанавливать и стабилизировать рабочую температуру тепловых блоков в диапазоне от -50°C до $+99^{\circ}\text{C}$ с возможностью установки отклонения от $0,3^{\circ}\text{C}$ до 10°C . Время задержки для переключения из режима нагрева в режим охлаждения или наоборот составляет не менее 1 минуты. Значение температуры измеряется датчиком, установленным в зазоре магнита, и отображается в реальном времени на экране контроллера. На рисунке 3 представлено устройство, проходящее испытания совместно с релаксометром ПМР.

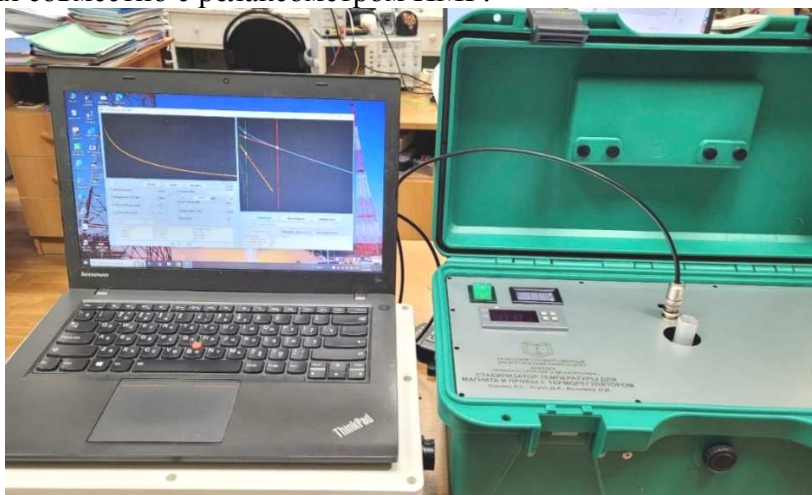


Рис. 3. Испытание работы устройства с релаксометром ПМР-NP2

В результате разработки термостабилизатора с терморегулятором было создано устройство малых размеров с общей массой, включая резонансный магнит, не более 9 кг. Проведённые испытания устройства

показали, что время переключения между фазами охлаждения и нагрева в режиме автоматической стабилизации температуры составляет 96 секунд. В эксперименте по достижению теплового баланса между магнитом и образцом, при начальной температуре в лабораторном помещении 19,3°C и достижении оптимальной рабочей температуры релаксметрического прибора ЯМР ($30 \pm 0,5^\circ\text{C}$), потребовалось 20 минут. Максимальная потребляемая мощность в момент запуска теплового блока (на нагрев или охлаждение) составила 52 Вт.

Термостабилизатор для магнита и образца с терморегулятором представляет собой важное усовершенствование, направленное на повышение точности измерений и анализа, основанных на методе ядерного магнитного резонанса релаксации. Достигнутые результаты стали возможны благодаря применению технологии термоэлектрического модуля для управления температурой. Устройство характеризуется стабильной работой, энергоэффективностью, минимальным количеством механически подвижных элементов и отсутствием летучих охлаждающих веществ. Оно пригодно для установки как в лабораторных условиях, так и для проведения полевых испытаний.

Список литературы

1. Кашаев Р.С., Темников А.Н., Тунг Ч.В., Киен Н.Т., Козелков О.В. Релаксометр протонного магнитного резонанса // Приборы и техника эксперимента. – 2019. – №2. – С. 145-148. – DOI: 10.1134/S003281621902023X.
2. Кашаев Р.С., Сунцов И.А., Тунг Ч.В., Киен Н.Т., Усачёв А.Е., Козелков О.В. Экспресс-метод и аппаратура протонного магнитного резонанса для измерения плотности нефтей // Журнал прикладной спектроскопии. – 2019. – Т. 86, №2. – С. 277-282.
3. Ramsey N.F. Magnetic Shielding of Nuclei in Molecules // Physical Review Journals Archive. 1950, vol. 78(6), p. 699. DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRev.78.699>.
4. Gultekin D.H., Gore J.C. Temperature dependence of nuclear magnetization and relaxation // Journal of Magnetic Resonance. 2005, vol. 172, iss. 1, pp. 133-141. DOI: 10.1016/j.jmr.2004.09.007.
5. Свинин А.Ю., Кашаев Р.С., Козелков О.В. Разработка магнитной системы датчика для ПМР-анализатора // Известия высших учебных заведений. Проблемы энергетики. – 2020. – Т. 22, №4. – С. 115-122. – DOI: 10.30724/1998-9903-2020-22-4-115-122.
6. Патент №137355 РФ. Устройство термостатирования магнита с образцом / Р.С. Кашаев. – Заявка №2013143433 от 25.09.2013; опублик. 10.02.2014, Бюл. №4.

References

1. Kashaev R.S., Temnikov A.N., Tung C.V., Kien N.T., Kozelkov O.V. Proton magnetic resonance relaxometer // Instruments and experimental techniques. 2019, no. 2, pp.145-148. DOI: 10.1134/S003281621902023X.
2. Kashaev R.S., Suntsov I.A., Tung C.V., Kien N.T., Usachev A.E., Kozelkov O.V. Apparatus for rapid measurement of oil density and molecular mass using proton

- magnetic resonance // Journal of Applied Spectroscopy. 2019, vol. 86, no. 2, pp. 289-293.
3. Ramsey N.F. Magnetic Shielding of Nuclei in Molecules // Physical Review Journals Archive. 1950, vol. 78(6), p. 699. DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRev.78.699>.
 4. Gultekin D.H., Gore J.C. Temperature dependence of nuclear magnetization and relaxation // Journal of Magnetic Resonance. 2005, vol. 172, iss. 1, pp. 133-141. DOI: 10.1016/j.jmr.2004.09.007.
 5. Svinin A.Yu., Kashaev R.S., Kozelkov O.V. The development of the magnetic system of sensor for PMR-analyser // Power engineering: research, equipment, technology. 2020, vol. 22, no. 4, pp. 115-122. DOI: 10.30724/1998-9903-2020-22-4-115-122.
 6. Patent No. 137355 RU. A magnet thermostating device with a sample / R.S. Kashaev. – Appl. No. 2013143433 from 25.09.2013; publ. 10.02.2014, Bul. No. 4.

Нгуен Дык Ань – аспирант	Nguyen Duc Anh – postgraduate student
Нгуен Вьет Тьеп – аспирант	Nguyen Viet Tiep – postgraduate student
Нго Кьен Динь – магистрант	Ngo Kien Dinh – master's degree
navypro1991@gmail.com	

Received 14.04.2025