

Szakdolgozat

Elektronspin-rezonancia spektrométerek érzékenységének vizsgálata és javítása

Bernáth Bence

Témavezető: Simon Ferenc Egyetemi tanár BME Fizika Tanszék

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem 2013.

Tartalomjegyzék

	Kösz	zönetnyilvánítás	5
1.	Bev	ezető és motiváció	6
	1.1.	Mikrohullámok detektálása	6
	1.2.	Mixer és ESR híd építése	8
	1.3.	Mért ESR jel elméleti modellezése	8
2.	Elm	életi alapok	10
	2.1.	Az elektronspin-rezonancia alapjai	10
		2.1.1. Bloch-egyenletek	10
		2.1.2. A mikrohullámú üreg	14
		2.1.3. A detektálás elmélete	14
	2.2.	Mixerek és teljesítmény detektorok	15
		2.2.1. Teljesítmény detektorok	16
		2.2.2. Mixerek általános jellemzése	18
	2.3.	A detektálandó ESR jel nagyságának kiszámolása MAPLE	
		programmal	24
3.	Mér	rési összeállítások	27
	3.1.	Teljesítmény detektorok karakterizálási módja	27
	3.2.	Az 1SS69 detektorokból álló hullámvezető mixer karakterizálása	28
	3.3.	A koaxiális Marki Mixer karakterizálása	29
	3.4.	Az ESR híd építése	29
4.	Ere	dmények	31
	4.1.	Teljesítmény detektálás	31
		4.1.1. A HP 8472A detektor	31
		4.1.2. Az NEC 1SS69 detektor	35
	4.2.	Saját építésű mixer és a M10418 mixer karakterizálási módja	40
		4.2.1. Mixer az 1SS69 detektorokból	40
		4.2.2. A Marki M10418 Mixer	44
	4.3.	Az ESR híd	45
		4.3.1. Az állóhullámok problematikája	46
		4.3.2. A rezonanciacsúcs megkeresése	48
		4.3.3. Az ESR spektrum felvétele	50
		4.3.4. A számolt és mért ESR jelek viszonya	52

5.	Összefoglaló	53
А.	Mérnöki kifejezések és használatuk; dB, dBm, TSS, NEP, MDS	54
в.	Impedanciaillesztés	56
С.	Lock-In faktorok C.1. Jel mérés	58 58 60
D.	A detektálás határai mixerrel és teljesítmény detektorral	61
Е.	A JEOL JM-FE3 ESR spektrométer használati útmutatója	63
F.	MAPLE számítások	65
G.	Mikrohullámú feszültség a hullámvezetőben	68

A szakdolgozat kiírása

Az elektronspin-rezonancia (ESR) spektroszkópia a modern szilárdtestkutatás, kémiai és biofizikai kutatások elengedhetetlen eszköze. A szilárdtestfizikában fémek spin-relaxációs idejének és állapotsűrűségének mérésére használjuk, valamint erősen korellált fázisok tulajdonságainak vizsgálatára. A laborunkban 3 ESR spektrométerünk van: két 9 GHz-es, egy nagyfrekvenciás (222 GHz), illetve fejlesztés alatt áll egy 35 GHz-es spektrométer. A munka számára a legfontosabb motivációt az adja, hogy számos esetben a vizsgálni kívánt mintáink esetén az érzékenység limitálja a vizsgálatainkat. A jelentkező feladatai i) az ESR spektroszkópia elméleti alapjainak elsajátítása, ii) a mikrohullámú áramkörök alapjainak megértése és összefoglalása, iii) a berendezésekben használt detektorok és mixerek működésének, fizikai alapjainak megértése, iv) új mérési elrendezések és mikrohullámú alkatrészek kipróbálása (különös tekintettel az ún. kis-zajú erősítőkre) a spektrométer érzékenységének javítására.

Önállósági nyilatkozat

Alulírott Bernáth Bence, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem hallgatója kijelentem, hogy ezt a szakdolgozatot meg nem engedett segédeszközök nélkül, saját magam készítettem, és csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan szövegrészt, adatot, diagramot, ábrát, amelyet azonos értelemben más forrásból átvettem, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2013. június 3.

Bernáth Bence

Köszönetnyilvánítás

Hálás vagyok témavezetőmnek, Simon Ferencnek, aki példamutató türelmével és lelkesedésével tanított és segített a munkámban.

Prof. Holczer Károlynak köszönöm szemléletes magyarázatait, amelyek rávilágítottak fontos összefüggésekre a mikrohullámú üreggel kapcsolatban.

Köszönöm Dr. Fülöp Ferencnek a műszerek javításában nyújtott folyamatos segítségét.

Köszönöm a labor és a műhely összes dolgozójának, akik a motiváló munkakörnyezetet teremtve, mindenben a segítségemre álltak. Külön köszönöm Szirmai Péternek az ESR-rel kapcsolatos megjegyzéseit, Márkus Bencének a ${\rm I\!A} T_{\rm E} X$ -ban nyújtott segítségét, és Gyüre Balázsnak azt, hogy bevezetett a mikrohullámú technika világába.

Hálával tartozom családomnak és barátaimnak akik idáig minden döntésemben szabadon hagytak, és középiskolai tanáraimnak akik megtanítottak arra, hogy a problémákat szeretnünk kell.

I acknowledge Prof. F. I. B. (Tito) Williams for enlightening discussions about microwave circuitry. His inspiration provided a major leap to understand the physics of microwave mixers and detectors.

Financial support by the European Research Council Grant Nr. ERC-259374-Sylo is acknowledged.

fejezet Bevezető és motiváció

Napjaink szilárdtestfizikai kutatásának nélkülözhetetlen eszköze az ESR (electron spin resonance) spektrométer. Bár az elektronspin-rezonancia 1944 óta ismert,¹ az első a jelenséget, és a megfigyeléshez szükséges kísérleti hátteret pontosan tárgyaló összefoglaló mű 1967-ben született [16], azt lehet mondani, hogy óriási technológiai változás nem történt napjainkig. Az újabb ESR berendezések kompaktabbak lettek, de nem mutatnak nagyságrendekkel jobb eredményt mint a 20-30 évvel idősebb eszközök. A spektrométer jósága alatt elsősorban a minél nagyobb jel/zaj arányt értjük.

Célunk az, hogy a már meglevő ESR berendezéseink működését megértsük, és a lehetőségekhez mérten javítsuk azokat. A megértésre azért van szükség, hogy a közeljövőben mi magunk is tudjunk ESR-spektrométert építeni 18 vagy akár 35 GHz-re is. Ennek érdekében el kell merülnünk a mikrohullámok általános detektálásának, főként az ESR jel detektálása szempontjából fontos *mixer* detektálás elméletében és gyakorlatában, továbbá tisztában kell lennünk milyen zavaró hatások ronthatják el egy szép spektrum felvételét. Szakdolgozatom alapját egy saját építésű ESR híd adta melynek megépítéséből és használatából sok új dolgot tanultunk és néhány kérdésünkre is választ kaptunk.

1.1. Mikrohullámok detektálása

A munkánkhoz a mikrohullámú detektorok pontos ismerete szükséges mivel a jel detektálás minőségét akarjuk növelni. Bár minden detektorhoz tartozik adatlap, a tapasztalat az, hogy nem mindig szolgálnak pontos információval.

A mikrohullámú detektoroknak két nagy típusuk van. Az első egy körülbelül 80 éves technológián alapuló *point-contact* dióda a második pedig az újabb fém-félvezető átmenettel rendelkező *Schottky* dióda. Alapvetően ezek a detektorok a mikrohullámot egyenirányítják, így mérhető DC jelet készítve belőle, de mixerek is építhetők belőlük megfelelő összeállításban. A kérdés csupán az, hogyan is állítsunk össze alkalmas mixert, milyen előfeszítést igényel a

¹Yevgeny Konstantinovich Zavoisky az ESR felfedezője.

detektor, érdemes-e ohmikusan terhelni, mekkora a detektálható legkisebb teljesítmény, illetve mekkora a zaja az eszköznek. A kérdések megválaszolásához először is meg kell tudni milyen a detektorok kimenő feszültség–mikrohullámú teljesítmény karakterisztikája, a zajok pontos ismeretében. A laboratóriumban használatos valamennyi detektor karakterisztikáját meghatároztuk Lock-In erősítő, változtatható teljesítményű mikrohullámú forrás és számítógépes program segítségével. Ezek az adatsorok nem csak az ESR híd építésében játszanak fontos szerepet, hanem pontosabb referenciaként is szolgálnak a gyári adatsorok helyett.

A detektor diódák egyenirányítják a mikrohullámot és így a kimenetükön DC feszültség jelenik meg amelynek értéke egyenesen arányos a mikrohullám teljesítményével, amennyiben a diódát az ún. négyzetes tartományban² használjuk. Fontos paraméterei: érzékenység (voltage sensitivity vagy Responsivity) amely a kimenő feszültség jel mikrohullámú teljesítmény szerinti deriváltja, illetve a kimeneti ellenállás (Video Impedance) melynek nagyságától függ a detektor dinamikus tartománya. Ezt az ellenállást mutatja a kimenet, melyet nem lehet Ohm-méterrel megmérni, ugyanis ez a ráeső mikrohullám teljesítményétől is függ. Ha olyan ohmikus ellenállást kötünk a kimenetre amelynél a DC szint a felére esik akkor ennek értéke megadja a video impedanciát. Ez a típusú detektor kiválóan alkalmas minden olyan mérésre ahol nem kell nagyon alacsony teljesítményt detektálni, illetve ahol nem elvárás a jó jel/zaj arány.

A mixer detektorok³ feladata az, hogy a magas frekvenciájú jelet (RF^4) közép frekvenciájú (IF^5) jellé konvertálja. Ha ehhez a jelhez jól választunk erősítőt a teljes rendszer kimenő zaja csökkenthető. A mixer főbb részei: RFés IF ág illetve az LO^6 ami az előfeszítés szerepét tölti be. Az LO szerepe tehát az, hogy a mixerben levő detektorokat munkapontra helyezze, és így megvalósuljon a mixelés ami az LO és RF jel összeszorzását jelenti. A detek-



1.1. ábra. Egy általános mixer

tor diódákkal ellentétben a mixerek kimenő jele nem a rácső teljesítménnyel, hanem a rácső feszültséggel egyenesen arányos. Fontos paraméterei: *conversion loss* amely kifejezi, hogy a lekeverés során mennnyi teljesítmény veszett el, illetve *Noise Figure* ami a mixer bemenetére és kimenetére eső jel/zaj arányt fejezi ki. Mindkét mennyiséget általában dB-ben adják meg és a minél kisebb

²Square Law

³Általánosabban mixereknek vagy keverőknek nevezik őket ami arra utal, hogy az egész eszköz tartalmaz egyéb mikrohullámú elemeket, pl.: Magic Tee-t is.

⁴Radio Frequency

⁵Intermediate Frequency

⁶Local Oscillator

értékek a kedvezőek. A mixerek működésének megértése esszenciális, ugyanis minden ESR spektrométer ilyen módon detektálja a hullámokat. Laborunk szintjén nem voltunk teljesen tisztában a detektálás mechanizmusával ezért a mixer és ESR-híd megépítése értékes információkkal szolgált.

1.2. Mixer és ESR híd építése

A JEOL spektrométer tanulmányozása után megpróbáltuk rekonstruálni a detektáláshoz szükséges eszközöket. A JEOL-ban két point-contact detektor van amit egy *Magic Tee* köt össze. Ez megvalósít egy ún. *Balanced Mixer*-t, aminek a működését részletesen vizsgáljuk a továbbiakban. A *Magic Tee* egy olyan eszköz aminek 2 bemenete és kettő kimenete van és képes arra, hogy a bemeneteken érkező teljesítményt a kimenetek között megfelezze. A *Magic Tee* egyik bemenetére küldjük az LO teljesítményt a másikra a detektálandó és ennélfogva modulált mikrohullámú (ezentúl MW) jelet ami a spektrométer üregéből származik melynek fázisa állítható. Erre azért van szükség mert ha az RF és az LO ág közötti fáziskülönbség nem megfelelő, akkor nem mérünk jelet. A két detektoron levő jel egy erősítőbe megy majd az erősítő jelét vesszük fel LI erősitővel.

A munka első részében saját mixert építettünk. Ennek felépítése hasonló: ugyanúgy hullámvezető alkatrészekből áll, a különbség annyi, hogy itt nincs üreg, a moduláció egy PIN diódából származik és a MW forrás nem a JEOL-ból hanem egy univerzális eszközből az Agilent HP83751B Synthetized Sweeper-ből (HP Sweeper) érkezik. Ezzel az elrendezéssel vizsgáltuk meg a detektoraink mixerként való alkalmazását. A munka folytatásaként egy kereskedelemben is kapható (Marki Microwave) SMA csatlakozós ún. Double Balanced Mixer működését is teszteltük egy hasonló összeállításban, ahol az RF jel nagyságát szabadon változtattuk. Így tudtuk kimérni a mixer paramétereit.

Ezután saját ESR mérőhidat építettünk a Marki mixerből mivel ez produkálta a legjobb jel/zaj arányt. A pontos összeállításról és eredményekről későbbi fejezetekben szólunk.

1.3. Mért ESR jel elméleti modellezése

Az ESR elmélete alapján kiszámolható, hogy rezonancia fellépésekor mennyi az abszorbeált MW teljesítmény a mintában. A spektrométerrel gyakorlatilag ezt a teljesítményt detektáljuk mint kimenő feszültségjelet. A két mennyiség között arányossági tényezők vannak, amelyeknek meghatározása alapos végiggondolást igényel. A moduláció, a mixer vesztesége, mind egy-egy szorzófaktort jelent nem beszélve az alkatrészekre eső veszteségekről.

Készítettünk egy *MAPLE* programot amely az elméletből levezethető egyenletekből képes megmondani a mintában a mikrohullámú mágneses teret, az abszorbeált MW teljesítményt és a Curie szuszceptibilitást. Az abszolút ér-

tékek ismeretében az arányossági tényezők meghatározhatók és így a mérések ellenőrzésére is alkalmassá válik a program.

2. fejezet

Elméleti alapok

2.1. Az elektronspin-rezonancia alapjai

Az elektronspin-rezonancia vagy más néven elektron paramágneses rezonancia egy érintésmentes mérési módszer amely kiválóan alkalmas a különböző anyagok szuszceptibiliásának és mágnesezettségének mérésére. Mivel érintésmentes, ezért jól használható levegőérzékeny minták illetve biológiai és kémiai rendszerek vizsgálatára is.

2.1.1. Bloch-egyenletek

Bár a spinek abszorpciójának teljes leírására a kvantummechanika ad magyarázatot, az ESR elmélet klasszikusan szemléletesebben értelmezhető. A független mágneses momentumok statikus mágneses térben Zeeman felhasadást eredményeznek. A külső $\mathbf{B}_{\mathbf{0}} = B_{\mathbf{0}} \cdot \mathbf{k}$ statikus mágneses térben az energiaszintek a

$$\mathcal{H}_{\text{Zeeman}} = -\boldsymbol{\mu} \cdot \mathbf{B}_{\mathbf{0}} = g_e \mu_{\text{B}} \hbar \mathbf{S} \mathbf{B}_{\mathbf{0}}$$
(2.1)

Hamilton-operátor alapján

$$\Delta E = g_e \mu_{\rm B} B_0 \tag{2.2}$$

módon hasadnak fel, ahol $\mu_{\rm B}$ a Bohr-magneton, $g_e = 2.0023$ az elektron g-faktora, S_z a dimenziótlan spin operátor z irányú komponense. Vezessünk be

$$\gamma = -g_e \mu_{\rm B} \approx -2\pi \cdot 28 \text{GHz/T} \tag{2.3}$$

giromágneses tényezőt. Ezzel az operátor a következő alakot ölti:

$$\mathcal{H}_{\text{Zeeman}} = -\gamma \hbar S_z B_0 \tag{2.4}$$

A klasszikus elmélettel a párhuzamot úgy kapjuk, hogy a teljes impulzusmomentum $\mathbf{J} = \mathbf{L} + \mathbf{S}$ időfejlődését viszgáljuk.

$$\frac{\mathrm{d}\langle \mathbf{J}\rangle}{\mathrm{d}t} = \frac{i}{\hbar} \left\langle [\mathcal{H}, \mathbf{J}] \right\rangle = \gamma \langle \mathbf{J} \rangle \times \mathbf{B}_{\mathbf{0}}$$
(2.5)

Ez a klasszikus esettel, ahol a mágnesezettség precesszál a mágneses indukcióvektor körül a Larmor körfrekvenciával ($\omega_0 = \gamma B_0$), teljesen analóg. Az ESR esetén azonban nem csak statikus tér van jelen hanem a gerjesztést adó mikrohullámú tér is. A forrásból kijövő lineárisan polarizált mikrohullám felbontható két cirkulárisan polarizált hullám összegére, amelyekből csak az egyik komponens vezet majd abszorpcióhoz a mikrohullámú mágneses tér forgatónyomatékának koherens összeadódása miatt. A mikrohullámot úgy fogjuk kezelni mint egy xy-síkban negatív irányban forgó perturbáló tér.

$$\mathbf{B}_{1} = B_{1} \left(\mathbf{i} \cos(\omega t) - \mathbf{j} \sin(\omega t) \right)$$
(2.6)

Így a 2.5 egyenlet kiegészül és a

$$\frac{\mathrm{d}\langle\boldsymbol{\mu}\rangle}{\mathrm{d}t} = \langle\boldsymbol{\mu}\rangle \times \gamma \left[\mathbf{B_0} + \mathbf{B_1}\right]$$
(2.7)

alakot ölti ahol $\gamma \mathbf{J} = \boldsymbol{\mu}$ mágneses momentum. A fönti egyenlet még további pontosításra szorul, ugyanis figyelembe kell venni, hogy a mágnesezettség a kölcsönhatások során relaxál és a precesszió megszűnik. Ez azt jelenti, hogy a mágneses momentum és természetesen a mágnesezettség is bizonyos idő elteltével a térrel egy irányba fog beállni és felveszi egyensúlyi értékét.

$$\frac{dM_z(t)}{dt} = \gamma [\mathbf{M} \times \mathbf{B}]_z + \frac{M_0 - M_z(t)}{T_1}$$
(2.8)

$$\frac{dM_x(t)}{dt} = \gamma [\mathbf{M} \times \mathbf{B}]_x - \frac{M_x(t)}{T_2}$$
(2.9)

$$\frac{dM_y(t)}{dt} = \gamma [\mathbf{M} \times \mathbf{B}]_y - \frac{M_y(t)}{T_2}$$
(2.10)

Ahol $\mathbf{M} = \frac{\mu}{V}$ ahol V a minta térfogata. M_0 az egyensúlyi mágnesezettséget jelenti. (2.8), (2.9), (2.10)-et nevezzük Bloch – egyenleteknek melyek fenomenologikus elektrodinamikai egyenletek és alkalmasak a mikrohullámok abszorpciójának leírására. T_1 és T_2 kísérleti eredmények ahol az előbbi a spin-rács az utóbbi az ún. spin-spin relaxációs idő.

A szuszceptibilitás meghatározásához nézőpontot kell váltani és a mikrohullám forgó koordinátarendszerébe írjuk le az eseményeket. Az új koordinátarendszer $-\omega \mathbf{k}$ sebességgel forog. Ha az új rendszerben a tranzienseket elhanyagolva megoldjuk az egyenleteket, akkor a következő eredményeket kapjuk:

$$M'_{x} = \frac{\chi_{0}\omega_{0}}{\mu_{0}}T_{2}\frac{(\omega_{0}-\omega)T_{2}}{1+(\omega_{0}-\omega)^{2}T_{2}^{2}}B_{1}$$

$$M'_{y} = \frac{\chi_{0}\omega_{0}}{\mu_{0}}T_{2}\frac{1}{1+(\omega_{0}-\omega)^{2}T_{2}^{2}}B_{1}.$$
(2.11)

Az egyenletekbe már behelyettesítettük a mágnesezettség egyensúlyi $M_0 = \frac{B_0}{\mu_0}\chi_0$ értékét, ahol χ_0 az elektrodinamikából ismert $\chi_0 = \lim_{\mathbf{H}\to\mathbf{0}} \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \mathbf{H}}$ összefüggés értelmében a dimenzió nélküli statikus térfogati spinszuszceptibilitás.

Ezután visszatérünk a laboratóriumi koordinátarendszerbe ahol a mágnesezettség x komponense :

$$M_x(t) = M'_x \cos(\omega t) + M'_y \sin(\omega t)$$
(2.12)

Az arányossági tényezők a szuszceptibilitások. A mágnesezettség alakja

$$M_x(t) = (\chi' \cos(\omega t) + \chi'' \sin(\omega t))B_{x0} = \chi(\omega)B_x(t)$$
(2.13)

ahol $\chi(\omega)$ a dinamikus szuszceptibilitás és

$$\chi = \chi' - i\chi'' \tag{2.14}$$

amelyben a valós rész a rendszer diszperzív, a képzetes rész pedig a disszipatív válaszát fejezi ki. Az abszorpcióra tehát χ'' vonatkozik. Gerjesztést általunk használt lineárisan polarizált hullám (B_x) egyik cirkulárisan polarizált komponense fog adni ezért $B_{x0} = 2B_1$. Ennek tudatában a fönti egyenletekből a szuszceptibilitások meghatározhatóak.

$$\chi' = \frac{1}{2}\chi_0\omega_0 T_2 \frac{(\omega_0 - \omega)T_2}{1 + (\omega_0 - \omega)^2 T_2^2}$$
(2.15)

$$\chi'' = \frac{1}{2}\chi_0\omega_0 T_2 \frac{1}{1 + (\omega_0 - \omega)^2 T_2^2}$$
(2.16)

amelyből a valós rész a rendszer diszperzív, a képzetes rész pedig a disszipatív válaszát fejezi ki. Az abszorpcióra tehát χ'' vonatkozik.



2.1. ábra. A szuszceptibilitás valós és képzetes része a gerjesztő frekvencia függvényében

A fönti leírás pontosan a Magmágneses Rezonanciára vonatkozik, az ESR mérésében technikai változások vannak. Nem a mikrohullámú forrás frekvenciáját változtatjuk, hanem az állandó B_0 -t. Gyakorlatban ez úgy történik, hogy B_0 -hoz hozzáadunk egy vele párhuzamos tőle kisebb szinuszosan változó B_{mod} teret. Erre azért van szükség mert ha a forrás frekvenciáját változtatjuk akkor változik a teljesítménye és a többi mikrohullámú alkatrész viselkedése is. ESR mérésben tehát ω_0 és ω szerepet cserél, rezonancia akkor lesz amikor a mikrohullámú forrás állandó frekvenciája megegyezik az állandónak mondott mágneses térből származó Larmor körfrekvenciával. A giromágneses faktorral áttérünk $\omega = \gamma B$ alapján mágneses térre, mint változóra. Itt megjelenik a rezonanciafrekvenciának megfelelő B_0^{res} mágneses tér. Innentől kezdve már csak χ'' -vel foglalkozunk, ugyanis az abszorpció mérésére vonatkozó információt ez a tag tartalmazza.

$$\chi'' = \frac{\chi_0}{2} \gamma B_0^{res} T_2 \frac{1}{1 + (B_0 - B_0^{res})^2 \gamma^2 T_2^2}$$
(2.17)

A (2.17) összefüggésből látható, hogy az abszorpciót egy Lorentz-függvény írja le:

$$f(x) = I \cdot L(x) = I \frac{1}{\pi} \frac{w}{w^2 + (x - x_0)^2} = I \frac{1}{\pi w} \frac{1}{1 + \left(\frac{x - x_0}{w}\right)^2}$$
(2.18)

Itt f(x) egy w vonalszélességű Lorentz-függvény, míg L(x) egy normált Lorentz függvény ($\int_{-\infty}^{\infty} L(x)dx = 1$). Ezt összehasonlítva a Bloch-egyenletekből adódott összefüggéssel (2.17) megkaphatjuk, hogy a görbe jellemző paraméterei milyen fizikai mennyiségekkel állnak kapcsolatban. A szuszceptibilitás a normált görbe I paraméterében jelenik meg, azaz a Lorentz-görbe alatti területtel arányos.

$$I = \frac{\pi}{2} B_0^{res} \chi_0 \tag{2.19}$$

Az összehasonlításból látszik, hogy a félértékszélesség fordítottan arányos az xy síkon érvényes T_2 relaxációs idővel:

$$w = \frac{1}{\gamma T_2} \tag{2.20}$$

Mivel az anyagban levő elektronokra nem csak a külső mágneses tér hat, hanem érényesül a szomszédos részecskék mágneses tere is, ezért a minta helyén kialakul egy lokális mágneses tér. Ezt úgy is értelmezhetjük, hogy egy másik g-faktorral vesszük figyelembe az abszorpcióhoz szükséges energiát.

$$\hbar\omega = \Delta E = g_e \mu_B B_{lok} = g_e \mu_B (B_0^{res} \xi) = (g_e \xi) \mu_B B_0^{res} = g \mu_B B_0^{res} \qquad (2.21)$$

2.1.2. A mikrohullámú üreg

A mikrohullám rezonáns abszorpciója a mikrohullámú üregben történik. Az üreget homogén mágneses térbe helyezzük Az üreg működése a hagyományos RLC körrel analóg. Az ilyen rendszer impedanciája függ a gerjesztő frekvenciától.

$$Z = [R^2 + (L\omega - \frac{1}{\omega C})^2]^{1/2}$$
(2.22)

Maximális teljesítményt akkor kapunk ha az impedancia minimális vagyis ha $\omega = \omega_0 = \frac{1}{\sqrt{LC}}$. Bármilyen rezgő rendszer így az üreg is jellemezhető jósági tényezővel (Q) amelynek definíciója:

$$Q_{\ddot{u}reg} = 2\pi \frac{E_{\ddot{u}regben\ t\acute{a}rolt}}{E_{egy\ periódus\ alatt\ be\acute{e}rkez\breve{o}}} = \omega_0 \frac{L}{R}$$
(2.23)

Ha ábrázoljuk az teljesítmény-frekvencia értékeket, akkor egy rezonancia függvényt kapunk melynek félértékszélességével Δf és rezonancia frekvenciájával f_0 kifejezhető a jósági tényező.

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f} \tag{2.24}$$

Mikrohullámú rezonáns rendszerként nem használható a hagyományos RLC kör, helyette egy jól vezető anyagból készült üreg használható, melynek geometriai méretei összemérhetőek a mikrohullám hullámhosszával. Rezonanciafrekvencián az üreg képes állóhullám módust fenntartani a falról visszaverődő hullámok interferenciája miatt. Az üreg geometriája meghatározza a kialakuló módust. Az üregbe egy hullámvezetőn keresztül érkezik a mikrohullám amelyet megfelelően kell csatolni.

2.1.3. A detektálás elmélete

A spektrométert reflexiós geometriával használjuk, azaz a mikrohullámú üregről visszaverődő jelet detektáljuk, ezért itt nagy szerepe van a cirkulátornak, amely a beeső és visszaverődő hullámokat meg tudja különböztetni. Ez az elem bizonyos hullámokat, csak bizonyos irányban enged át. A kritikus csatolást az írisszel tudjuk elérni ami lényegében egy fém pálcika, amit az üreg és hullámvezető határán tudunk be és kicsavarozni. Kritikus csatolás esetében az üregről nincs reflexió, a ráérkező összes teljesítményt elnyeli.

A mágneses rezonancia előidézéséhez külső elektromágnessel változtatjuk időben lineárisan a \mathbf{B}_0 mágneses teret. A mikrohullámú tér frekvenciája tehát rögzített, és a rezonanciafrekvenciát változtatjuk a mágnessel. A detektálásnál a Lock-In elvet alkalmazzuk, az ehhez szükséges modulációt egy a \mathbf{B}_0 -hoz hozzáadott kis párhuzamos mágneses tér változtatásával valósítjuk meg (B_{mod}). A moduláló mágneses teret a Lock-In erősítő által vezérelt modulációs tekercsek segítségével tudjuk szabályozni, amelyek az üreg felső és alsó lapján találhatóak. Az üregben elnyelődött mikrohullámú teljesítményt a

$$P = \frac{1}{\pi\mu_0} \left| \mathbf{B}_1 \right|^2 \omega \chi''(\omega) V \tag{2.25}$$

összefüggés adja meg. Kritikus csatolás esetén az üregből van visszaverődés, de a kijövő teljesítmény fázisa ellentétes a folyamatosan bejövő teljesítménnyel szemben. A két teljesítmény azonos nagyságú ezért kioltják egymást. Amikor bekövetkezik az ESR abszorpció az üregben több energia nyelődik el, ezért az üregből kijutó teljesítmény kevesebb lesz. Ekkor az üregbe tartó és az onnan visszaverődő hullámok már nem oltják ki egymást. Ezt a különbségi teljesítményt detektáljuk. Ez a teljesítmény éppen a minta abszorpcióját adja meg.

A forrás jele, a cirkulátorra majd onnan az üregre jut ahol állóhullámot alakít ki. A mikrohullámú rezonanciát az automatikus frekvenciaszabályozás (AFC¹) tartja fenn. A reflektált

$$dE = dE_0 e^{i(\omega t + \varphi)} = CB_1(\chi' - i\chi'') V e^{i(\omega t + \varphi)} \quad (C \text{ konstans})$$
(2.26)

jel (elektromos térerősség) és a referenciajel ($E = E_0 e^{i(\omega t + \varphi_0)}$) interferenciájának jele a detektorra jut. A detektált jelintezitás:

$$I_{\text{det}} \sim |E + dE|^2 = E_0^2 + 2 \cdot C E_0 B_1 V \left(\chi' \cos(\varphi - \varphi_0) + \chi'' \sin(\varphi - \varphi_0)\right) + \mathcal{O}(dE^2)$$
(2.27)

Minden spektrométerben van fázistoló amellyel a diszperzív válaszból fakadó jelet eltüntethetjük ha $\varphi = \varphi_0 + 90^\circ$ szerint állítjuk be. Ekkor tisztán az abszorpciós jelet mérhetjük ami χ'' -vel arányos.

Az ESR spektroszkópiában a \mathbf{B}_0 mágneses teret változtatjuk állandó frekvencia mellett. A szabályozott \mathbf{B}_0 mágneses tér értéke Hall-szondával ellenőrizhető. A lock-in technika miatt az I_{det} detektált jelet a mágneses tér szerint sorba fejthetjük, a konstans tag a referencia miatt eltűnik:

$$I_{\rm det} \sim \left. \frac{\mathrm{d}I_{\rm det}}{\mathrm{d}B} \right|_{\mathbf{B}_{\mathbf{0}}} B_{\rm mod} + \mathcal{O}(B_{\rm mod}^2) \sim \left. \frac{\mathrm{d}\chi''}{\mathrm{d}B} \right|_{\mathbf{B}_{\mathbf{0}}} V\sqrt{P}B_{\rm mod} + \mathcal{O}(B_{\rm mod}^2), \quad (2.28)$$

Az ESR-mérésekben kapott jelalak tehát a $d\chi''/dB$ értékkel arányos, azaz a Lorentz-függvény deriváltjával. [16].

2.2. Mixerek és teljesítmény detektorok

A 2.1.3 alfejezetben szó volt a detektálásról de a konkrét megvalósításról ebben a részben számolunk be. A laboratóriumban a mikrohullámú ellenállás méréshez vagy bármilyen gyors méréshez teljesítmény detektorokat használunk. A mixer technikára akkor van szükségünk ha alacsony teljesítményt szeretnénk detektálni, alacsony zajjal. A logikusabb felépítés miatt előbb tárgyalnánk a teljesítmény detektorokat és csak utána a mixereket.

¹Automatic Frequency Control

2.2.1. Teljesítmény detektorok

A teljesítmény detektorok a következő ábra szerint írhatóak le:



2.2. ábra. Általános koaxiális detektor áramkör [10]

Az RF jelenti a beérkező mikrohullámú teljesítményt. Az impedancia transzformátor feladata az, hogy a detektor áramkörét 50 Ω -os ellenállásként tüntesse fel a vezeték számára, hogy így a lehető legkevesebb teljesítmény verődjön vissza. Az $50 \ \Omega$ egy gyári szabvány amely az összes koaxiális kábelt jellemzi. Az RF folytás egy tekercset jelent ami a nagyfrekvenciás jelre nézve nagy ellenállást biztosít, a kisebbkre nézve viszont rövidzárként és így földelésként funkcionál. A detektor dióda végzi az egyenirányítást. A Video kimeneten DC jel mérhető. A kimenő jel lehet pozitív és negatív a diódától függően de ennek nincs jelentősége méréseink szempontjából. A *Bypass kapacitás* a diódán átjutott nagyfrekvenciás jelek számára kis ellenállásként mutatkozik ezért ez az ág is egy földelést jelent. Ez a kapacitás határozza meg, hogy milyen hosszúságú RF impulzusokat tudunk detektálni, vagyis a Video jel frekvenciájának a maximumát. A *Video jel* fogalmát a frekvenciájával magyarázhatjuk meg. Ha a frekvencia θ Hz akkor a detektálandó RF jelünk folytonos hullám². A kapacitás nagysága és így a frekvencia maximuma fontos paraméter, ugyanis a detektorok jelét az alacsony zajszint elérése végett Lock-In erősítővel mérjük, ami a video frekvenciát is meghatározza [10].

A fenti ábrán mutatott dióda viselkedését pontosabban is bemutatjuk. Általánosan a nyitóirányú áram értékét a Shockley egyenlet adja meg,

$$i = I_{sat}(e^{v\alpha} - 1) \tag{2.29}$$

ahol $\alpha = \frac{q}{nk_BT}$, a detektorra jutó feszültséget *v*-vel jelöltük, $n \approx 1$ korrekciós konstans, *T* az abszolút hőmérséklet, *q* pedig az elemi töltés. I_{sat} a szaturációs áramot jelenti, amelynek nagysága függ az anyagi minőségtől és a hőmérséklettől. Schottky diódák esetén a Richardson egyenlet határozza meg I_{sat} pontos értékét [20, 23]. A (2.29) kifejezés sorba fejtehető

$$i = v\alpha + \frac{(v\alpha)^2}{2!} + \frac{(v\alpha)^3}{3!} + \dots$$
 (2.30)

²Continous Wave, CW

Ha csak az első kettő tag érvényességi tartományát vizsgáljuk akkor azt mondjuk, hogy a square law tartományban vagyunk. Itt négyzetes összefüggés érvényes i és v között, de v és P teljesítmény között a kapcsolat már jó közelítéssel lineáris, mivel $U^2 = RP$. A kimeneten mért feszültség $U_{ki} = iR_v$ ahol $R_v = \frac{1}{\alpha I_{sat}}$ a dióda videó ellenállása vagyis az amit a kimenet felé mutat. Tehát kis teljesítményen P és U_{ki} egyenesen arányosak és az arányossági tényező pontosan I_{sat} . Az érzékenység definiciója:

$$S = -\frac{\mathrm{d}^2 U_{\mathrm{ki}}}{\mathrm{d}i^2} \frac{\mathrm{d}i}{\mathrm{d}U_{\mathrm{ki}}} = \frac{1}{I_{sat}}$$
(2.31)

Az így definiált érzékenység természetesen megegyezik az 1.1 alfejezetben bevezetett fogalommal. Tipikus áram feszültség és feszültség karakterisztikákat láthatunk az alábbi ábrákon:



2.3. ábra. Tipikus U - p karakterisztikák különböző terhelésekkel Agilent katalógusból [5]

A kísérleti eszközök megértéséhez gyakran támaszkodunk a gyártók adatlapjaira, sokszor a számunkra fontos viselkedésről, fizikáról csak ők szolgálnak érdemi információkkal. Napjainkban a legelterjettebb teljesítmény detektorok a Schottky típusúak melyekből léteznek előfeszítést igénylő³ és előfeszítést nem igénylő⁴ darabok. A point-contact detektorok esetében lehet előfeszítés de ennek inkább csak a mixer összeállításban van jelentősége. Amennyiben csak teljesítményt akarunk detektálni a Schottky és point-contact detektorokkal, a karakterisztikák jellegét tekintve nagy különbséggel nem találkozunk, ha SMA csatlakozós detektorokat vizsgálunk. Régebbi hullámvezetős pointcontact diódák esetében viszont jóval nagyobb érzékenységet tapasztaltunk. A 3. fejezetben ezt az állítást mérési adatokkal szemléltetem.

³High-,Medium-,Low Barrier Schottky

⁴Zero Biased Schottky



2.4. ábra. Tipikus Schottky és Low Barrier Schottky diódákI-Ukarakterisztikája [8]

2.2.2. Mixerek általános jellemzése

Egy mixerben három ág találkozik; LO, RF és IF. Az LO és RF ágakon természetesen mikrohullám halad, amelyekre úgy gondolhatunk mint változó feszültségek.

$$V_{LO}(t) = A_{LO}\cos(\omega_{LO}t) \tag{2.32}$$

Minden mixernek része a LO, melynek teljesítményét tudjuk szabályozni.

$$V_{RF}(t) = a(t)\cos(\omega_{RF}t + \phi(t))$$
(2.33)

Az a(t) és $\phi(t)$ időfüggő tagok az amplitúdó és fázis modulációt jelentik. A kimenő IF jel az RF és LO jel szorzatával lesz arányos ideális esetben.

$$V_{IF} = KA_{LO}a(t)\cos(\omega_{LO}t)\cos(\omega_{RF}t + \phi(t))$$
(2.34)

Ahol K a konverziós tényező ami a veszteséget fejezi ki. Trigonometrikus azonosságok felhasználásával V_{IF} tovább alakítható

$$V_{IF} = \frac{KA_{LO}}{2}a(t)\cos[(\omega_{RF} - \omega_{LO})t + \phi(t)] + \frac{KA_{LO}}{2}a(t)\cos[(\omega_{RF} + \omega_{LO})t + \phi(t)]$$
(2.35)

Egy tipikus mixer tartalmaz aluláteresztő szűrőt tehát a nagyfrekvenciás tagot elhagyhatjuk.

$$V_{IF} = \frac{KA_{LO}}{2}a(t)\cos[(\omega_{RF} - \omega_{LO})t + \phi(t)]$$
(2.36)

Az egyenletekből kiderül, hogy az IF jel kisebb frekvenciával és amplitúdóval rendelkezik mint az RF, de tartalmazza az összes paramétert amelyekből az RF jel rekonstruálható. Ha nagy IF jelet akarunk akkor az A_{LO} növelésével ez elérhető, de figyelnünk kell arra, hogy az LO port telítődhet,⁵ és így az LO

 $^{^5\}mathrm{Azt}$ az LO teljesítmény szintet ahol az IF a legnagyobb de még nincs telítődés az irodalom Drive Level-nek hívja.

növelése nem vezet IF növekedéshez. A lekeverés veszteségét a

$$\frac{P_{IF}}{P_{RF}} = \left(\frac{KA_{LO}}{2}\right)^2 \tag{2.37}$$

hányadossal fejezhetjük ki. A KA_{LO} tipikus értéke 1 körül van. A veszteség decibelben kifejezve körülbelül $10 \log_{10}(\frac{1}{4}) = -6dB$. Ez az érték változhat -3dB és -10dB között. A mixer veszteségét megadó mennyiséget conversion loss-nak nevezzük melynek definiciója

$$CL = -10\log_{10}\left(\frac{P_{IF}}{P_{RF}}\right) \tag{2.38}$$

és értéke 3 dB és 10 dB között változik. Nyilván a minél kisebb CL a kívánatos. A képletekből az is látható, hogy a LO teljesítményét érdemes azon az értéken tartani ahol még éppen nincs telítés, különben ha kisebb LO-val dolgozunk, megnövekszik a CL [9].

Mixerek típusai

Beszélhetünk Single Ended, Balanced, Double és Triple Balanced mixerekről. Ezek rendre 1,2,4 illetve 8 diódát tartalmaznak. Számunkra a legfontosabbak a Balanced és Double Balanced mixerek, ugyanis az előbbit hullámvezető mikrohullámú elemekből megépítettük, az utóbbival pedig saját ESR mérőhidat építettünk.



2.6. ábra. Általános Double Balanced Mixer [3]

Az LO és RF jel összeszorzása koaxiális alkatrészeknél 3 dB 180 Degree Hybrid Coupler eszközzel történik melynek a hullámvezetős megfelelője a Magic Tee. A saját építésű mixerben mi is ilyet használunk.

A *Magic Tee*-nek 2 bemenete és kettő kimenete van. A bemenő ágak E és H^6 . A hullámfrontokat megjelenítő ábrán a körök az elektromos térerősség **E** vektorát jelentik amelyek a lapra merőlegesen befelé mutatnak. Az oldalágakban azonos fázisban terjed a térerősség. Az E és T ág kapcsolata esetén a

⁶E-H plane arm vagy port



2.7. ábra. Magic Tee [17]



2.8. ábra. Bal oldalon a H ág T elágazás kapcsolatot látjuk a jobb oldalon pedig az E ág T kapcsolatot [17]

térerősség vektor a lap síkjában van viszont az oldalágakban ellentétes fázissal terjed. Ezt úgy is mondják, hogy az E-T kapcsolat a páros szimmetriát, a H-T kapcsolat a páratlan szimmetriát képviseli az elágazásnál. A végeredmény az, hogy az oldalágakban egyenlő teljesítmény halad csak ellenkező fázissal, tehát a Magic Tee képes a teljesítményt felezni, erre utal a 3 dB is, ami teljesítményben kettes faktort jelent. Ideális esetben a H és E ág között nincs semmilyen áthallás, mivel a bennük haladó hullámok polarizációja egymásra merőleges. Ha az oldalágakat használjuk bemenetként akkor a H ágba megjelenik a két teljesítmény összege, az E ágban pedig a két teljesítmény különbsége. Ezért nagyon fontos, hogy az oldalágakról ne legyen visszaverődés, mert az a H és E ágról visszatérve parazita jeleket okoz. Ezt el lehet kerülni akkor ha az oldalágakat reflexiómentesen lezárjuk, vagy ha az E és H ágakba tuner csavarokat helyezünk amelyek olyan visszaverődést eredményeznek amelyek az oldalágakból visszaverődött jelet kioltják. Gyakorlatban a visszaverődés⁷ nagy problémákat okoz, mivel az oldalágakba általában detektorokat helyezünk, melyeknek impedanciája nem egyezik meg a vezető impedanciájával, és így nem jöhet létre reflexiómentes detektálás. Erre részletesen a B.1 függelékben térünk ki. A két oldalág között is nagy izoláció van, ezért jó beállítások esetén itt sem tapasztalunk áthallást. A Magic Tee működésének precíz matematikai háttere megtalálható Pound és Poole könyvében is [16, 17]. Tehát az oldalágakon ellentétes fázissal ér a mikrohullámú teljesítmény detektor diódákhoz. Ha mindkét dióda azonos irányban áll akkor a rajtuk megjelenő feszültség ellentétes előjelű

 $^{^7{\}rm A}$ visszaverődések mögött mindig egy impedancia ugrás áll, amit a gyorsan változó jel nem tud követni ezért reflektálódik.

lesz tehát a két feszültség értéket ki kell vonni egymásból. Összeadni akkor kell ha a diódák különböző irányban állnak. A (2.5) ábrának megfelelően a kivonást transzformátorral, az összeadást rövidzárral lehet megvalósítani.

A Double Balanced Mixerben négy dióda van gyűrű kapcsolásban. Ez a konfiguráció lehetővé teszi az LO ág reflexiójának, továbbá az IF és RF port zajának csökkentését is. Ehhez a mixerhez 3 *Magic Tee* szükséges, melyek egymás mellé vannak szerelve, középsőre érkezik az LO a két szélsőben pedig két-két detektor van. Az RF jel az egyik szélső elemen keresztül jut a mixerbe. A kialakított elágazások nagyobb izolációt teremtenek a detektorok között, ezért redukálódik a zaj illetve az áthallás is [17]. Ezt a mixert is fel lehet építeni hullámvezetőkből de a kivitelezés bonyolult és számunkra egyelőre érdektelen ezért ennek pontosabb leírásával nem foglalkozunk.

Mixerek és Zajok

A kísérleti fizikában általános cél, hogy a mért jel legyen minél nagyobb, de a jel bizonytalansága, hibája vagy zaja legyen a lehető legkisebb. A cél az, hogy a jel és a zaj aránya⁸ legyen a lehető legnagyobb. Definíció szerint az arány teljesítményre vonatkozik.

$$SNR = \frac{P_{jel}}{P_{zaj}} \tag{2.39}$$

A zajokat mindig egy adott sávszélességre vonatkozatjuk ezért a mértékegységük $\frac{A}{\sqrt{Hz}}, \frac{V}{\sqrt{Hz}}, \frac{W}{\sqrt{Hz}}$ lehet. Mivel kicsi jeleket detektálunk, az SNR növelése fontos feladat. A zajoktól nem lehet megszabadulni, minden elektronikai eszköz egy-egy zajforrást képvisel. Ha az eszközeink zajtalanok lennének akkor is találnánk nem nulla értékű zajt ami a hőmérsékleti sugárzásból származik. A zaj teljesítmény minimumát

$$P_{Zaj\ limit} = k_B T \Delta f \tag{2.40}$$

kifejezés adja meg amennyiben az áramkörben a zajforrás teljesítményének ellenállása és az áramkör maradék részének Thevenin ekvivalens ellenállása megegyezik⁹ [12]. Δf jelenti a sávszélességet. Ha 50 Ω -ra vonatkoztatjuk ezt a teljesítményt akkor az elérhető minimális zaj 1 Hz sávszélességgel 0,89 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$. A méréseink során ezt a zaj szintet szeretnénk elérni. A mixerek zaj karakterisztikájáról érdemes néhány szót ejteni. A *Noise Figure* paraméter definíciója:

$$NF = 10\log_{10}(F)^{10} = 10\log_{10}(\frac{SNR_{be}}{SNR_{ki}})$$
(2.41)

Szobahőmérsékleten, Drive Level LO teljesítménnyel, elegendően nagy frekvencián a *Noise Figure* és a *conversion loss* megegyezik. Ha az IF ágra erősítőt

⁸Signal to Noise Ratio SNR

⁹Ez azt jelenti, hogy van impedanciaillesztés, ha nincs akkor a zaj teljesítmény ennek négyszerese.

¹⁰Noise Factor

teszünk, számolnunk kell egy másik NF-rel, továbbá ha a rendszer hőmérséklete nem egyezik meg a szobahőmérséklettel, és alacsony frekvencián vagyunk akkor az eredő *Noise Figure* dB-ben számolva:

$$NF = CL + NF_{IF} + NTR \tag{2.42}$$

ahol a Noise Temperature Ratio:

$$NTR = 10\log_{10}\left(\frac{T_d}{T_0}\right) = 10\log_{10}\left(t\right) = 10\log_{10}\left(\frac{k_B T_d \Delta f}{k_B T_0 \Delta f}\right)$$
(2.43)

 T_0 a szobahőmérsékletet, T_d pedig a dióda¹¹ effektív hőmérsékletét jelenti. Diódákra általában igaz, hogy t > 1. A hőmérsékleti zajnak $\frac{1}{f}$ jellege van, ezt szokás *Flicker Noise*-nak is hívni. Az $\frac{1}{f}$ zaj jelen van minden aktív és passzív eszközben, a frekvencia növelésével csökken. A zaj pontos okát nem ismerjük, valószínűleg összefüggésben van a félvezető kristály tökéletlenségeivel. Ez a zaj mindig jelen van, de a létezik egy ún. *knee frequency* amin túl csak a már említett hőmérsékleti zaj¹² dominál [11, 6]. Általánosan igaz, 10 kHz fölött az $\frac{1}{f}$ zaj nem jelentős és $t \approx 1$ [19, 3, 7].



2.9. ábra. A könyök frekvenciát szemléltető ábra [6]

A t függ attól is, hogy a teljesítményünk mekkora:

$$t_{square\ law} = \frac{P_{MW}^2 \gamma}{f_{mod}} + 1 \tag{2.44}$$

$$t_{linear} = \frac{P_{MW}\gamma'}{f_{mod}} + 1 \tag{2.45}$$

A megfelelő faktorok Poole könyvében megtalálhatók [16]. A fönti megfontolások bármilyen kristály detektorokra igazak, nem csak mixerekre. A mixerek esetében is definiálhatunk érzékenységet [21].

$$S_{mixer} = \sqrt{\frac{G}{t}} \tag{2.46}$$

¹¹A mixerben szereplő összes diódára utal.

¹²Szokás Johnson zajnak is nevezni.



2.10. ábra. t a frekvencia függvényében [21]

Ez egy dimenziótlan mennyiség, ahol $G=\frac{P_{IF}}{P_{RF}}$ vagyis a conversion loss-nak



2.11. ábra. Az érzékenység teljesítmény függése mixerek esetén $\left[21\right]$

megfelelő faktor és $t = \frac{T_d}{T_0}$. Az érzékenység azt fejezi fejezi ki, hogy az effektív zajhőmérséklet mennyire van rossz hatással a konverzióra. A mi diódáinkhoz hasonló diódákon mérték ki a 2.11-es ábrán látható eredményt. Az érzékenységnek létezik egy maximuma ami az optimális LO teljesítményen van. Gyakorlatilag mi ezen a ponton dolgozunk.

2.3. A detektálandó ESR jel nagyságának kiszámolása MAPLE programmal

Itt ismertetem azokat a kifejezéseket amelyek szükségesek ahhoz, hogy a saját építésű ESR híddal detektált ESR jelek nagyságának konzisztenciáját egy adott mintával összehasonlíthassuk. A saját ESR hídra azért van szükség, mert abban minden paraméter értékét kontrollálni tudjuk, valamint a detektáláshoz használt mixerre (Marki Mixer) is nagyon pontosan ismerjük a detektálási hatékonyságot. A számolásokat DPPH mintára vonatkoztattuk. A minta nem fémes ezért Curie szuszceptibilitása van, továbbá a teljes impulzusmomentumába csak a spin ad járulékot, a pályamomentuma nulla. A számoláshoz szükséges képleteket Poole könyvéből vettük [16]. A pontos mágneses moduláció meghatározásához több mérést is kellett végeznünk, ennek összefoglalása az (E)-ben található. A DPPH w = 1,5 G vonalszélességét vagyis a Lorentz csúcs félértékszélességét az ESR spektruma alapján határoztuk meg függvényillesztéssel. Ahhoz, hogy ki tudjuk számolni a mintában elnyelődött teljesítményt, szükségünk van a mintában felépülő mágneses tér nagyságára. Ez nem azonos az üregben lévő átlagos tér nagyságával, mivel a mikrohullámú tér eloszlása inhomogén az üregben. A mintában felépülő átlagos B_s tér nagysága:

$$B_s = \sqrt{\frac{\mu_0 P_{MW} Q}{2\omega V_c 0,0811(1+(0,82\frac{r}{h})^2)}}$$
(2.47)

Ahol P_{MW} jelenti a mikrohullám teljesítményét, ω a körfrekvenciáját, V_c az hengeres üreg térfogatát, Q a jósági tényezőjét. Az üreg sugara r, a magassága h. A vákuum permeabilitás $\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \frac{Vs}{Am}$. Az üreg emittált teljesítménye rezonancián:

$$P_{em} = \frac{1}{2} \frac{B_s^2 \omega_0^2 \chi_{Curie} T_2 V}{\pi \mu_0}$$
(2.48)

A T_2 a spin-spin relaxációs idő, V a minta térfogata. A Curie szuszceptibilitást a

$$\chi_{Curie} = \frac{\mu_0 S(S+1) g_e^2 \mu_B^2 N}{3k_B T V}$$
(2.49)

kifejezés adja meg ahol g_e az elektron g-faktora, $S = \frac{1}{2}$ a spin értéke, T az abszolút hőmérséklet, k_B a Boltzmann állandó. A N a gerjeszthető spinek számát jelenti. Egy DPPH molekulán csak egy szabad spin van ezért N megegyezik a molekula számmal. A képleteket összevetve azt mondhatjuk, hogy a

teljes emittált teljesítmény:

$$P_{em} = \frac{QNS(S+1)\omega_0 T_2 \mu_0 g_e^2 \mu_B^2 P_{MW}}{3\pi k_B V_c 0,0811(1+(0,82\frac{r}{b})^2)}$$
(2.50)

Az üregünknek ismert a Q-ja, térfogata, és $\frac{r}{h} = 0, 5$. Minden más paramétert mi állítunk be. Az 1,3 mg tömegű DPPH-nak felvettük a spektrumát, úgy hogy az üregbe 0.5 mW teljesítményt küldtünk. A fönti képleteket MA-PLE programba írva, behelyettesítve az anyagmennyiségnek, és mikrohullámnak megfelelő értékeket, az emittált teljesítmény értéke

$$P_{em} = 9,075 \cdot 10^{-7} \ W \tag{2.51}$$

Az ennek megfelelő feszültség érték $U = \sqrt{PR}$ ami a Lorentz görbe maximumát, amplitudóját adja. Ahol az ellenállást $R = 50 \ \Omega$ a mixer bemenő impedanciája miatt. Mi a Lorentz görbe deriváltját mérjük, ezért ebből kell visszaszámolni az abszorpciós csúcsot. Legyen az Lorentz függvény alakja feszültségre vonatkoztatva:

$$\frac{A}{\pi} \frac{1}{w^2 + x^2} \tag{2.52}$$

ahol x képviseli a mágneses tér változását Gauss mértékegységben. Ennek első és második deriváltja a $\frac{A}{\pi}$ faktor nélkül rendre:

$$-2\frac{x}{(x^2+w^2)^2}\tag{2.53}$$

$$\frac{8x^2}{\left(x^2+w^2\right)^3} - \frac{2}{\left(x^2+w^2\right)^2} \tag{2.54}$$

A derivált Lorentznek van két szélsőértéke melynek különbségét tudjuk jól mérni. Ezért szükség van arra a faktorra ami összefüggést teremt a Lorentz csúcs értéke és a derivált Lorentz csúcsai között. Ezért a (2.54)-et megoldjuk nullára, a gyököket visszahelyettesítem a (2.53)-ba és az értékeket kivonom egymásból. Tehát amit leolvasunk az adatsorról:

$$\frac{9}{2\sqrt{3}w^3}\frac{A}{\pi}Mod\tag{2.55}$$

Ahol a Mod jelenti a modulációs tér amplitudóját ami esetünkben 0,2 G. A rezonancia amplitúdója:

$$U_{amp} = \frac{A}{\pi} \frac{1}{w^2} \tag{2.56}$$

A $\frac{Mod}{w} \frac{9}{2\sqrt{3}}$ faktor tehát magadja az összefüggést a rezonanciacsúcs és a derivált értékek között. A híd veszteségeit 2-vel való osztással vagyis 6 dB-vel vesszük figyelembe. Ez egy reális becslés, ugyanis ismerjük az izolátoron, fázistolón, és a PIN-diódán eső veszteségeket¹³. Tudjuk, hogy a mixeres detektálás is

¹³A mixer karakterizálása során kimértük, hogy az egyes elemek mennyit attenuálnak.

szolgál egy faktorral amit a (4.4) képlet szerint egy $\sqrt{2\pi}$ -vel való osztással kell figyelembe venni. Tehát az adatsorról leolvasott csúcstól-csúcsig vett feszültség különbség elvben:

$$U = U_{amp} \frac{9}{2\sqrt{3}} \frac{Mod}{w} \frac{1}{2\sqrt{2}\pi}$$
(2.57)

A teljes MAPLE program az (F) függelékben megtalálható. A programmal a minta mágneses momentumát és effektív momentum számát is meg lehet határozni.

3. fejezet

Mérési összeállítások

A laboratóriumban több detektor található, esetünkben csak három típust vizsgáltunk részletesen; HP 8472A point-contact koaxiális detektor, NEC 1SS69 point-contact waveguide detektor, illetve a Marki Mixer M10418 ami egy kompakt koaxiális mixer.

A referenciaként szolgáló ESR spektrumot a *JEOL JM-FE3* spektrométerrel vettük fel, ennek az eszköznek a mágnesét felhasználtuk a saját spektrumunk felvételéhez. Kétféle mintát mértünk meg; egy ismeretlen tömegű DPPH-t¹ referenciaként és egy 1,3 mg tömegűt.

3.1. Teljesítmény detektorok karakterizálási módja

A laboratóriumban több dióda U - p görbéjét is meghatároztam. Ezek közül kiválasztottunk kettőt; a HP 8472 A-t amely egy teljesítmény detektor, és a NEC 1SS69-et amelyik mixerként működik a JEOL spektrométerben, de most ettől a használattól eltérünk. A feszültség-teljesítmény görbe meghatározásához a következő eszközökre van szükség: HP Agilent HP83751B Synthetized Sweeper, Stanford Research System SR830 DSP Lock-In Amplifier, kábelek, DC blokk, attenuátorok, számítógép. Az elv az, hogy a HP Sweeper teljesítményét léptetjük² aránylag lassan (1 s/lépés), miközben a kimenetet egy nagyobb frekvenciával (pl. 20 kHz) megszaggatjuk³. Erre azért van szükség mert a detektor kimenő feszültségét Lock-In erősítővel mérjük, ami csak jel AC komponensét tudja meghatározni. A Lock-In detektálásra azért van szükség mert így tudunk alacsony zajszinten mérni és ezáltal kisebb jeleket is megmérni mintha DC-ben mérnénk.

A mérési összeállítás a 3.1 ábrán látható. A Lock-In erősítőt és a HP Sweepert összekötöttem és számítógéppel vezéreltem. A mérési programot *Visual*

 $^{^1}$ 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl

²Ezt sweepelésnek is nevezzük.

³A jelet choppoljuk.



3.1. ábra. Feszültség-Teljesítmény görbe felvételéhez szükséges összeállítás

Basic-ben írtuk, ennek segítségével olvastam ki a mért feszültség értékeket a Lock-In erősítőből, beállítottam a choppolás frekvenciáját, egy mérési pont felvételének idejét, továbbá a zaj mérést is tudtam vezérelni. A program a mért jelszinttől függően automatikusan váltotta a Lock-In érzékenységét, elkerülve a belső erősítő telítődését és így a mért adatok meghamisítását. A zajt mindig choppolás nélkül kell mérni, mivel csak akkor képes a zajt pontosan megmérni a Lock-In amikor nem detektál jelet.

3.2. Az 1SS69 detektorokból álló hullámvezető mixer karakterizálása

A JEOL spektrométer mintájára laboratóriumi alkatrészekből megépítettük a mixert. A mixer karakterisztikájának felvétele nem automatizálható, ezért a mérési pontokat kézi beállításokkal vettük fel. Megnéztük frekvenciazaj függést is. A mikrohullámú forrás továbbra is a *HP Sweeper*, a mixer jelét Lock-In erősítővel vettük föl. Mivel az LO ágban a teljesítménynek folytonosnak kell lennie ezért a főág modulálásához egy *HP 8735A Pin Modulator* eszközt (chopper) használunk. A choppert a Lock-In szinuszos jele hajtja meg 5 V feszültséggel,⁴ melynek eredményeképp négyszög jel jut a detektorokra. A fázistolóval szabályoztuk az LO és RF ág fáziskülönbségét, amelyre azért volt

 $^{{}^{4}}$ A gyári adat szerint ez ideális, ugyanis ekkor a legkisebb az Insertion Loss vagyis a veszteség. Ezt mérésekkel is beláttuk, továbbá azt is, hogy képes 100 kHz-zel modulálni.

szükség, mert csak az LO és RF ágak közti meghatározott fázisérték (0 vagy 180 fok) esetén kaptunk a mixeren maximális jelet a 2.36 képlet alapján. A nem kívánatos visszaverődések végett izolátorokat is helyeztünk a *Magic Tee* elé, ennek részleteiről a 4.2-as részben szólunk. Az RF ág elé attenuátorokat helyeztünk, a teljesítmény szabályozása végett. A diódák azonos állásúak, ezért a jelüket ki kell vonni egymásból a 2.2.2-ben leírtaknak megfelelően. Ehhez a Lock-In A és B bemenetén keresztül vezettük be az egyes detektorok jelét, és beállítottuk, hogy a Lock-In az A - B különbségi jelet jelezze ki.



3.2. ábra. A hullamvezető detektorokból készült mixer katrakterizálására szolgáló összeállítás

3.3. A koaxiális Marki Mixer karakterizálása

A *Marki Mixer*-t is a 3.2-es részben tárgyalt eszközzel teszteltük, azzal a különbséggel, hogy *Magic Tee* helyére helyeztük a mixer bemenetét és az LO változtatható attenuátorát koaxos attenuátorra cseréltük. Mivel a mixernek csak egy kimenete van, ezért csak egy bemenetét használtuk a Lock-In erősítőnek.

3.4. Az ESR híd építése

Az ESR spektrum felvételéhez az épített hidat használtuk. A spektrum felvételéhez ugyanazokat az eszközöket használtuk mint a mixeres méréseknél. A forrás jelét iránycsatolóval kettéosztottuk, a nagyobbik jelet az üregbe küldtük egy *Magic Tee*-n keresztül amely visszaverődve a detektorhoz ért. Ez szolgáltatta az RF ág teljesítményét. Az iránycsatoló másik jele az LO teljesítményt adta. A mágneses modulációt a Lock-In jele vezérelte. A spektrum felvétele előtt minden alkalommal meg kellett keresni a mintával ellátott üreg rezonciafrekvenciáját mivel nem használtunk AFC-t. Ebben nagy segítségünkre volt egy oszcilloszkóp, amelyen láthattuk a detektoron levő jel nagyságát és alakját. Bár a spektrum felvételéhez mágneses modulációt használtunk, szükségünk volt a chopperre is, ugyanis csak ennek segítségével tudtuk a valódi rezonanciát–pontosabban az üregről való közel nulla visszaverődést megtalálni.



3.3. ábra. A saját építésű ESR híd

A rezonancia megtalálása után azonnal kezdetét vette a mérés. A számítógépen beállítottuk a mágneses tér nagyságát és modulációját majd 1000 pontban rögzítettük a spektrumot. A spektrum felvételéhez szükségünk volt egy erősítőre is, ugyanis a Marki Mixer kimenő zaja 2-5 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ körül mozog ami kisebb mint a Lock-In bemenő 8 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ zaja. Az erősítő az Analog Modules 322-6 50 Ω -os bemenő ellenállással rendelkező változata. Ez a mérés szempontjából ideális mert a Marki Mixer kimenő ellenállása is 50 Ω , így az impedanciaillesztés meg tud valósulni.

4. fejezet

Eredmények

4.1. Teljesítmény detektálás

Itt mutatjuk be a mikrohullámú teljesítmény detektorok legfontosabb paramétereit amit magunk karakterizáltunk. A teljesítmény detektorok működése a későbbiek szempontjából, a mixerek működésének megértéséhez lényeges.

4.1.1. A HP 8472A detektor

A detektort különböző ellenállásokkal terheltük, és erősítővel is felvettük a görbéket. A Lock-In időállandója $\tau = 10 ms$, a choppolás frekvenciája 25 kHz.



4.1. ábra. A detektoron levő feszültség a ráeső mikrohullámú teljesítmény függvényében

A 0 dB, 10 dB, 20 dB, a detektor elé helyezett fix attenuátorok értékét

jelzik (0 dB-nél nincs attenuálás), használatuk azért indokolt mert a *HP Swe*eper nem tud -10 dBm-nél kisebb teljesítményt kiadni. A kimenő teljesítmény maximuma 20 dBm-nél van, ezért itt ér véget minden görbe. Minden ellenállás esetében a görbék lineárisan indulnak, ezért a lineáris tartományban a feszültség esésből a detektor video impedanciája megállapítható

$$\frac{U_{terheletlen}}{U_{terhelt}}R_{terhel\acute{s}} = R_{video} \tag{4.1}$$



4.2. ábra. A detektor kimeneti feszültségének numerikus deriváltja a bemeneti teljesítmény szerint

A (4.2) mutatja, hogy ténylegesen meddig tart a dinamikus tartomány. A terhelő ellenállások használatával ez kitolódik, viszont ezzel együtt a jelünk $\frac{1}{20}$ át, illetve $\frac{1}{70}$ -ét látjuk. Fontos, hogy a detektort nem a teljesítmény, hanem a feszültség viszi telítésbe. Mivel a detektor ellenállásával párhuzamosan kötjük be az ellenállásokat, a detektor τ időállandója¹ megváltozik $\tau = R_{video}C_{video}$. Az időállandó megadja, hogy a detektor milyen gyorsan tudja követni a mikrohullám intenzitás változását. A megfelelő ellenállással csökkenthetjük az időállandót, ami azt jelenti, hogy a choppolás frekvenciáját megnövelhetjük, így kevesebb zajt kaphatunk. A Lock-In erősítővel mért értékeket minden esetben be kell szorozni $\frac{\pi}{\sqrt{2}}$ -vel a négyszögjeles choppolás természete miatt (részletek a C függelékben). Ez azt adja, hogy a terheletlen detektor érzékenysége 533 $\frac{mV}{mW}$. Ez jó egyezést mutat az adatlapjában található 500 $\frac{mV}{mW}$ -tal [4].

A továbbiakban a detektor kimenő zaját vizsgáljuk meg a teljesítmény függvényében. A (4.3) ábra mutatja az eredményt különböző passzív attenuátorok

 $^{^{1}}$ Risetime



4.3. ábra. A kimenő zaj a bemenő mikrohullámú teljesítmény függvényében Lock-In erősítővel mérve

használata mellett. A kezdeti szakasz konstans, itt láthatjuk a Lock-In saját zaját. Az erősítőben a zajok számára van dinamikus tartalék² ami egyfajta érzékenységet fejez ki a zajdetektálás szempontjából. A készüléken a *Low Noise, Normal* és *High Reserve* üzemmódok közül lehet választani. A Lock-In saját zaja minden üzemmódban más, *Low Noise*-ban a legkisebb $8\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$. Tehát ebben az üzemmódban csak olyan zajokat mérhetünk amelyek ettől az értéktől nagyobbak, különben nem látnánk őket. Ennek oka az, hogy a zajok négyzetesen adódnak össze. Az 50 Ω és 200 Ω -os ellenállással készült görbék alacsony teljesítményen nem pontosak, ugyanis a Lock-In által felvett adat 8 *nV*-nál kisebb. Pontos zaj értéket csak akkor tudunk mondani ha erősítőt használunk. A növekvő tartomány a detektor áram zajából³ ered. A zaj oka az, az áram értéke kvantált az elemi töltés nagyságának megfelelően.

$$V_{Shot Noise} = R\sqrt{2qI\Delta f} \tag{4.2}$$

ahol Δf jelenti a sávszélességet, I az áramot q pedig az elektron töltését. A Shot Noise értéke tehát az eszközön átfolyó áram nagyságával gyökösen növekszik. A növekvő tartomány mellett láthatunk egy csökkenő részt is. Mivel ezt több detektor karakterizálása közben is megfigyeltük,más-más mérési elrendezésben, arra következtetünk, hogy ez a jelenség detektortól független, és a zaj okozója a *HP Sweeper*. Arról van szó, hogy amikor adott, pl. 0 dBm-es teljesítménnyel akarunk dolgozni, ezt kétféleképpen tehetjük meg: a forráson állítunk be 0 dBm-et, vagy a maximális 20 dBm-et állítjuk be és a kimenetet passzív

²Dynamic Reserve

³Shot Noise

attenuátorokkal csillapítjuk. Az előbbi esetben egyértelműen nagyobb zajt találtunk ami arra utal, hogy a *HP Sweeper* elektromosan vezérelt attenuátorát használva extra zajt kapunk. A mikrohullámú forrás természete az, hogy csak egy adott teljesítményen tud üzemelni. Ha ettől kisebb teljesítményen akarunk mérni akkor azt külső passzív attenuátorok használatával érhetjük el. Ez a laborunk számára új információ a *HP Sweeper*-rel kapcsolatban.



4.4. ábra. A jel/zaj arány a bemenő teljesítmény függvényében

A (4.4) ábrán láthatjuk a dimenziótlan jel/zaj arányt. Mivel a jel és a zaj nem ugyanolyan mértékegységgel rendelkezik ezért a hányadosukat le kell osztani a zaj ekvivalens sávszélesség⁴ négyzetgyökével, ami 1 \sqrt{Hz} . A $\tau = 10 ms$ időállandó egy kompromisszum, azt jelenti, hogy a Lock-In ennyi ideig átlagol egy pontot. Sokkal nagyobb érték esetén tovább tart a mérés, jóval kisebb értékek esetén pedig zajosabb jelet kapunk. A mérési programban megadható, hogy egy mérési pont fölvétele mennyi ideig tartson. Ezt fontos jól beállítani, ugyanis a műszereknek is van reakcióideje, nem látjuk azonnal a Lock-In kijelzőjén azt feszültséget amit az éppen beérkező mikrohullám generál. A tapasztalat az, hogy jel mérés esetén az elégséges idő 1 *s*, zaj mérés esetén pedig 5 *s*.

Mivel láttunk nagyon kicsi zajokat, ezért elvégeztük a mérést Analog Modules 321A erősítővel melynek saját zaja $\frac{1nV}{\sqrt{Hz}}$. Azért ezt az erősítőt használtuk mert a legjobb impedancia illesztést akartuk elérni. Ennek bemeneti ellenállása 4,7 $k\Omega$, ami összemérhető a detektor video ellenállásával ami kb. 4 $k\Omega$. Százszoros erősítés mellet a következő jel/zaj grafikont kaptuk:

A többi grafikon hasonlóan néz ki mint erősítő nélkül, a különbség csak annyi, hogy szűkebb teljesítmény intervallumon tudtunk mérni, illetve a jel

⁴ENBW-további részletek a (C) függelékben.



4.5. ábra. A jel/zaj arány a bemenő teljesítmény függvényében Analog Modules 321A erősítővel

értékek a százszorosukra nőttek. Alacsony jel szinten 50 Ω terheléssel a jel/zaj görbén hirtelen meredekké válik, ez megfigyelhető erősítő nélküli esetben is csak jóval kisebb méretben. Ennek oka csak annyi, hogy amíg a jel megnőtt addig a zaj konstans maradt. Ez a további kvalitatív elemzésben nem okoz gondot.

Látható, hogy külső terhelés hiányában nem érdemes erősíteni mert nem kapunk jobb jel/zaj arányt viszont terhelt rendszer esetén megéri erősíteni. Az terhelő ellenállások használata minden esetben meghosszabbítja a dinamikus tartományt, de a jel/zaj arány lecsökken amennyiben nem erősítünk. Az ellenállások használata minden elrendezésben a zaj csökkenésével is jár. Az erősítők használatával a dinamikus tartomány határa nagyjából a felére csökkent, ennek oka az, hogy az erősítő bemeneti ellenállása körülbelül a video ellenállás nagyságával azonos. A detektálásra tehát nincs recept, a helyes használat mindig feladatfüggő.

4.1.2. Az NEC 1SS69 detektor

Az összeállítás megegyezett az előző méréssel, különbség csak az attenuátorok számában volt, illetve, hogy a diódát egy hullámvezető darabba helyeztük, melynek a végén van egy állítható tükör, ezzel tudjuk a hullámvezető hosszát állítani és így el tudjuk érni, hogy a hullám egy duzzadóhelye pontosan a detektor helyén legyen. A Lock-In frekvenciáját most kisebbnek kellett választani ugyanis teljesítmény detektorként ezek a diódák lassúak. Frekvencia:2 kHz, $\tau = 30$ ms.


4.6. ábra. A detektoron levő feszültség a ráeső mikrohullámú teljesítmény függvényében

Ez a detektor legalább kétszer érzékenyebb, és jel/zaj-ban is átlagosan jobbnak bizonyult. Erősítő használatával nagy javulást nem várhatunk, ugyanis a zajok mindig nagyobbak mint 8 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$. A nagyobb érzékenység miatt 10 dBm



4.7. ábra. A detektor kimeneti feszültségének numerikus deriváltja a bemeneti teljesítmény szerint



4.8. ábra. A kimenő zaj a bemenő mikrohullámú teljesítmény függvényében

fölött már nem tudtunk teljesítményt detektálni. Kiugróan szép értékeket láttunk ha a külső terhelés 100 $k\Omega.$



4.9. ábra. A jel/zaj arány a bemenő teljesítmény függvényében



4.10. ábra. Az 1SS69 detektor kimeneti feszültségének numerikus deriváltja a bemeneti teljesítmény szerint 100 k Ω terheléssel



4.11. ábra. A jel/zaj arány a bemenő teljesítmény függvényében 100 k Ω terheléssel

Az érzékenység háromszorosára nőtt, a jel/zaj csak kis mértékben csökkent, a dinamikus tartomány összeszűkült. A 100 $k\Omega$ -os terhelés különös értékei miatt, egy 100 $k\Omega$ bementi ellenállással rendelkező erősítővel is végeztünk mérést, továbbá az a 4,7 k Ω -os erősítővel is mértünk úgy, hogy 55 k Ω -mal terheltük a detektort. Az 1SS69 speciális dióda, ugyanis a terhelések használatával nem tudjuk úgy szabályozni a dinamikus tartományt ahogy a HP 8472A esetében tudtuk. A detektor video ellenállását 10-20 $k\Omega$ -nak lehet becsülni, ami nem túl pontos. Bár ez a dióda erősítő használatával nem tűnik rosszabbnak mint a HP 8472A, nem fogja fölváltani a koaxos teljesítmény detektorokat, mert használata körülményes. A JEOL spektrométerben ugyanez a dióda van de ott 4-5 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ -es zajszinten tud működni, teljesítmény detektorként pedig a leg-kisebb elérhető zaj 16 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$. Ebből is látszik, hogy ezt a diódát nem így kell használni.

4.2. Saját építésű mixer és a M10418 mixer karakterizálási módja

A mikrohullámú forrásunk a *HP Sweeper*, a fázisérzékeny detektálást a Lock-In erősítő végezte. Mivel az LO ágban a teljesítménynek folytonosnak kell lennie ezért a főág modulálásához choppert használunk. A choppert a Lock-In szinuszos jele hajtja meg 5 V feszültséggel, melynek eredményeképp négyszög jel jut a detektorokra. A forrás kimenetét egy iránycsatoló segítségével kettéosztottuk. A forrás 10 dB-nyi részét az LO ág attenuátorába vezettük. A fázistolót az RF ágba helyeztem tovább ide tettem az attenuátorokat is. A detektorokra legfeljebb $0,1 \ mW$ jutott A detektorok kimenetét a Lock-In A és B bemenetére kötöttük. Megfelelő beállításokkal elérhető, hogy a Lock In kivonja egymásból két bemenő jelet. Ezt a különbséget mérjük a (2.2.2)-ban leírtaknak megfelelően.

4.2.1. Mixer az 1SS69 detektorokból

A Magic Tee oldalágaira egy-egy detektor foglalattal rendelkező hullámvezető darabot helyeztünk. A vezetők egy hangoló csavarral vannak lezárva. A csavarral egy belső tükröt lehet tologatni⁵. A detektor elektródái párhuzamosak az elektromos térrel. A mixer munkapontra helyezése úgy történik, hogy hangoló csavarok, a fázistoló, és a változtatható attenuátor segítségével megkeressük az IF jel maximális értékét. Mivel ezen paraméterek legtöbbje egymással is kölcsönhat ezért a paraméterekkel iterálva többször el kell végezni a beállítást. A Lock-In 2 kHz-zel choppolt, időállandója 30 ms volt.

Az első beállítás után azt vettük észre, hogy a két detektor jelszintje nem azonos, a zaj pedig μV nagyságrendű és nagyon ingadozik, továbbá ha az egyik detektor hangolását megváltoztattuk akkor a másik detektor jele ezzel együtt változott. A *Magic Tee* elmélete szerint a két oldalág között minimális az áthallás, viszont az oldalág és az E-H ágak között mehet oda-vissza a hullám. A probléma gyökere az, hogy a detektorokról mindig van visszaverődő hullám, ami bejutva az E ágba⁶ a PIN diódán ismét visszaverődést szenvedhet. Az így visszatérő hullám okozza az eltérő nagyságú jeleket. A megoldást izolátorok jelentik amelyek csak egy irányba engedik terjedni a hullámot. Végleges megoldásként kettő ilyen eszközt betettünk a *Magic Tee* és a PIN dióda közé minek hatására a probléma megoldódott. Természetesen veszteségek vannak, a nyitó irányban haladó jelet ez 2,4 dB-vel attenuálja, a záró irányban viszont 81 dB-s attenuátorként van jelen.

A mixer U - p karakterisztikájának fölvételét nem akartuk automatizálni, a már említett forrás belső zaja miatt. Külső passzív attenuátorokat használtunk, és minden pont felvételét kézi beállítás előzte meg. Kíváncsiak voltunk

⁵Ilyen hullámvezetőt használtunk a (4.1.2)-ben is.

⁶Esetünkben ez az RF ág.

arra is, hogy mekkora teljesítmény szükséges az LO ág optimális működéséhez. Ennek érdekében, különböző attenuálási szintek mellett néztük az egy diódára eső feszültséget⁷, persze úgy, hogy az RF ágat lekapcsoltuk, majd ezen az attenuálási szinten néztük a mixer jelét is. Mivel ismerjük egy dióda U - p görbéjét, ábrázolhatjuk a mixer feszültségét az egy detektorra jutó LO teljesítmény függvényében.



4.12. ábra. A mixer kimenő feszültsége az LO portra eső teljesítmény függvényében

Felmerül az a kérdés, milyen feszültséget mérünk a mixer kimenetén. A teljesítmény mindig RMS-ben értendő, ezért a mikrohullámú feszültség maximális értéke

$$U_{MW} = \sqrt{2PR} \tag{4.3}$$

ahol R vezető hullámimpedanciáját jelöli, a 2-es szorzó pedig az átlagérték miatt jelenik meg. Ez a mikrohullámú feszültség érkezik meg a diódákhoz. A mixer veszteségét a *conversion loss*-szal vesszük figyelembe. A (2.2.2) alfejezetekben leírtak alapján, azt mondhatjuk, hogy a Lock-In kimenő feszültségére várt kifejezés:

$$U_{Lock-In} = \frac{2U_{MW}}{\sqrt{2\pi}} \frac{KA_{LO}}{2} \tag{4.4}$$

ahol $\frac{KA_{LO}}{2}$ hordozza a conversion loss feszültségbeli értékét, A_{LO} az LO-ra eső mikrohullámú feszültség értéke. Hullámvezetőre a hullámimpedancia frekvenciafüggő. Ha koaxiális kábelekkel dolgozunk akkor ez az érték a szabvány 50 Ω .

 $^{^7\}mathrm{Rekonstruáltuk}$ a 3.1.2-ben leírt mérést.



4.13.ábra. A mixer feszültsége az RF teljesítmény függvényében, az LO optimális értéke mellett

A hullámvezetőinkben TE módusú hullám terjed, ekkor az impedancia:

$$Z_{TE} = \frac{Z_0}{\sqrt{1 - (\frac{f_k}{f})^2}}$$
(4.5)

ahol $Z_0 = 120\pi \ \Omega = 377 \ \Omega$ vákuum hullámimpedanciája, $f_k = \frac{c}{2a}$ a hullámvezető levágási ún. *Cut Off* frekvenciája [10, 16]. A fénysebességet c jelöli, a pedig téglalap keresztmetszetű hullámvezető hosszabbik éle, ami esetünkben⁸ 23 mm. A fönti megfontolások figyelembevételével ábrázolhatjuk a mért mixer feszültséget a kiszámolt mikrohullámú feszültség függvényében. A 4.14-es ábrán látható, hogy a kapcsolat lineáris, tehát a mixer a mikrohullám feszültségével egyenesen arányos jelet produkál. Az arányossági tényező b elvben a

$$\frac{2}{\sqrt{2\pi}} \frac{KA_{LO}}{2} \tag{4.6}$$

faktor. Azt várjuk tehát, hogy a mért feszültségünk a

$$U_{Lock-In} = \frac{2}{\sqrt{2}\pi} \frac{KA_{LO}}{2} \sqrt{2P_{MW}Z_{TE}} = \frac{2}{\sqrt{2}\pi} \frac{KA_{LO}}{2} \sqrt{2P_{MW}712\ \Omega}$$
(4.7)

képlet szerint alakul ahol a mixer elmélete szerint a $CL = -20 \log_{10} \left(\frac{KA_{LO}}{2}\right)$ faktornak
3 dB és 10 dB között kell lennie, ami ekvivalens azzal, hogy a $\frac{KA_{LO}}{2}$ faktor értékének $\frac{1}{\sqrt{2}}$ és $\frac{1}{\sqrt{10}}$ között kell lennie. Ezzel szemben a CL értékére -11.44 dB-t kapunk.

 $^{^8\}mathrm{X}\text{-}\mathrm{sáv},\,8\text{-}12~\mathrm{GHz}$



4.14. ábra. A hullámvezető mixer kimeneti jele a Lock-In erősítőn mérve az RF portra eső mikrohullámú feszültség függvényében (utóbbi a teljesítményből számolt) és az adatsorra illesztett egyenes

Látható, hogy a mixer kimenő feszültsége, kb. ötös faktorral nagyobb ahhoz képest mint amit legjobb konverziótól várunk úgy, hogy számításunk szerint minden effektust (pl. hullámvezetőbeli veszteség, hullámimpedancia stb.) figyelembe veszünk. Erre ezidáig nem sikerült kielégítő magyarázatot találnunk, viszont minden hullámvezető diódánál tapasztaltuk ezt az effektust (pl. az 1N23C jelű diódánál is). A koaxiális mixernél és koaxiális detektoroknál nem találtunk hasonló anomáliát, amint azt a következő fejezet is mutatja.

Itt van egy furcsaság amit nem értünk. Hasonlót tapasztaltunk egy másik azonos felépítésű detektornál az 1N23C-nél. Ezek a diódák valahogyan mixelés közben erősítik a jelet. Ezt a jelenséget koaxiális detektoroknál nem tapasztaljuk.

Frekvencia (kHz)	Zaj $\left(\frac{nV}{\sqrt{Hz}}\right)$
2	1000
5	490
10	640
20	500
50	500
100	500

4.1. táblázat. A hullámvezető mixer zajának frekvenciafüggése amikor az LO értéke optimális, és az RF-re -20 dBm jut

A zajt megnéztük a frekvencia függvényében és azt tapasztaltuk, hogy a

frekvencia növelésével csökken de 20 kHz után nem változik jelentősen. Bár a zaj még így is 500 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$. Ez az érték a JEOL 0 dBm-en mért 4-5 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ zajához képest igen nagy. Nem szabad elfeledkeznünk arról a tényről, hogy a JEOL spektrométerben van egy belső erősítő, ami valamilyen módon csökkenti a zajt. Ha ezt az erősítőt eltávolítjuk és közvetlenül Lock-In erősítővel mérünk, akkor a JEOL spektrométer ilyen nagy zajokat produkál. A JEOL-ban levő erősítő nem olyan elven működik mint a hagyományos feszültség erősítők. Az irodalomban szó van arról, hogy a *Flicker Noise* csökkenthető transzformátorok alkalmazásával [21, 14]. A JEOL vizsgálata során mi is megtapasztaltuk, hogy az erősítőjének nem ohmikus ellenállása van. Hogy pontosan mi van a JEOL erősítőjének bemenetén, azt hosszas kutatás után sem nem tudjuk. Passzív transzformátorokkal végeztünk néhány kísérletet. A detektorok jelét transzformátoron keresztül vontuk ki, ekkor a zaj 5-10-es faktorral kisebb lett, de nem értük el azt a zajszintet amit a JEOL spektrométer tud. Végeredményben alacsony zajszinten nem tudtunk mérni, de valami útmutatást kaptunk, hogy merre kell a jövőben vizsgálódnunk.

4.2.2. A Marki M10418 Mixer

Hasonlóan az előző méréshez, első lépésként megkerestük az LO teljesítmény optimumát. Felvettük az IF kimenő feszültség és RF teljesítmény karakterisztikát. Vizsgáltuk a zajt, és a frekvencia függését. Lock-In frekvencia: 2 kHz időállandó; 30 ms. A zaj -90 dBm és -10 dBm között 2 kHz-en szinte



4.15. ábra. Mixer feszültség az RF teljesítmény függvényében, az LO optimális értéke mellett

konstans volt, 13-16 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$. A frekvencia függése 5 kHz után már elhanyagol-

ható, ekkor a Lock-In mérési határának megfelelő 8 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ -et láttuk.



4.16. ábra. Az IF porton kimenő feszültség Lock-In erősítővel mérve az RF portra eső mikrohullámú feszültség függvényében (utóbbi a teljesítményből számolt) és az adatsorra illesztett egyenes

A (4.16) ábráról a meredekséget leolvasva a *conversion loss*-ra bíztató eredményt kapunk: 5,63 dB, a gyári adatlap pedig 6 dB-t ír. Ez azt is jelzi, hogy megfelelően számoltuk ki az RF ágban lévő mikrohullámú feszültséget a teljesítményből, és jól vettük figyelembe a hullámvezető 50 Ω -os hullámimpedanciáját.

A zajokat 50 Ω és 200 Ω -bemenő ellenállással rendelkező Analog Modules 322-6 erősítőkkel is lemértük, és így 3-4 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ nagyságú zajokat is tudtunk látni. Nagyon fontos odafigyelnünk a mixer és az erősítő közötti impedancia illesztésre. A mixer mindhárom portja 50 Ω -os ezért az ideális erősítő is 50 Ω -os. Részletek az (B) függelékben vannak. Ez természetesen igaz az 1SS69 mixeres mérésre is, de ott nem tudjuk, mekkora lehet a diódák belső impedanciája, ezért nem helyeztünk a Lock-In bementére ellenállást.

4.3. Az ESR híd

A (3.3) képen látható eredmény nem az első próbálkozás eredménye. Sok mellékutat bejártunk mire eljutottunk a végleges állapothoz. Az elvek amelyeket mindenképp föl kell használnunk az építéshez nem mások mint amit a JEOL spektrométerben látunk.

A forrás jelét ketté kell osztani. Egyik ág lesz az LO teljesítmény, a másik pedig elegendő attenuálás után az RF. Az RF teljesítményt úgy kell bevezetnünk az üregbe, hogy onnan visszaverődve a detektorhoz érjen. Ennek megvalósításához *cirkulátort* használunk. A cirkulátor estünkben hullámvezető alkatrész melyen 3 port van, és egy port csak az egyik szomszédjának tudja küldeni a jelet, a másik szomszédja felé izolálva van.



4.17. ábra. A mikrohullámú cirkulátor sematikus képe

Ilyen módon a portok között csak egy irányban tud a mikrohullám haladni, ezért a cirkulátor alkalmas ún. duplexer szerepére, azaz a gerjesztés és visszavert mikrohullám szétválasztására. Az RF jel az üregben modulálódik, az ESR abszorpció miatt, majd a mixerhez érve detektáljuk és Lock-In erősítővel mérjük az IF feszültséget. A hídba kell tennünk egy fázistolót is, hiszen most is gondoskodnunk kell arról, hogy az RF-LO mikrohullámok fázisban legyenek. A forrás védelme érdekében DC blokkot helyeztünk a *HP Sweeper* kimenetéhez.

4.3.1. Az állóhullámok problematikája

A rendszer építésekor a legnagyobb problémát az ún. állóhullámok jelentették. Ez egy nem teljesen precíz mikrohullámú zsargon, amivel a nem kívánt úton haladó mikrohullámok és a jelek interferenciájából kialakuló, erősen frekvencia függő, detektoron mérhető jelet illetjük. Ezek elsődleges oka a minden mikrohullámú eszközre jellemző tökéletlenségek. A legjobb cirkulátorok izolációja sem jobb mint 20-25 dB. Emiatt mikrohullámú teljesítmény jut a nem kívánt irányból is a detektorra. Ez interferál az üregről visszaverődő teljesítménnyel és a frekvenciaspektrumban jellegzetes hullámzóan modulált intenzitás képet mutat a detektoron amit a 4.18-as ábrán láthatunk. A 4.18-as ábrán látható állóhullámok oka, hogy az LO es RF ágak beli mikrohullámok optikai úthossza nem egyenlő. Ezt a problémát úgy oldhatjuk meg, hogy nagyon pontosan kiegyenlítjük a két ág hosszát, azt is figyelembe véve, hogy a minta ágban (vagy RF ágban) haladó mikrohullám a cirkulátor és üreg közötti utat oda-vissza befutja. A javított elrendezésben kapott képet mutatja a 4.19-es ábra. Jó úthossz különbséggel a skála is megváltozott, és a rezonacia egyértelműen megtalálható. Az állóhullámok megfigyeléséhez szükségünk volt a chopperre. Az üregben levő állóhullámok megtalálásához Cavity Sweep-et végzünk. Lényege, hogy a HP Sweeper adott frekvencia tartományon a frekvenciát lépteti miközben a Lock-In modulálja a forrás jelét. A jel az üregből



4.18. ábra. Az LO és RF ágak optikai úthosszkülönbsége miatt kialakuló állóhullámok, az üregrezonanciát 9,44 GHz körül láthatjuk.



4.19. ábra. Az állóhullámok hatása miután az LO és RF ágak optikai úthosszát kiegyenlítettük. A maradék, kisebb állóhullámok a duplexer tökéletlenségéből, és a mixer portjai közötti áthallásból származnak.

visszaverődik és ezt Lock-In erősítő segítségével detektáljuk. Az egész sweepet számítógép vezérli. Mivel most mixert használunk, a forrás jelét nem szabad modulálnunk mert az LO teljesítményt konstans értéken kell tartanunk. Külső

modulációt kell használnunk ezért van szükségünk a chopperre.

A nem kívánt visszaverődések miatt, hasonlóan a (4.2) alfejezetekben leírtakhoz, a mixer RF portja elé izolátort helyeztünk de most egy darab is elég volt. Az izolátor behelyezése után a helyzet kicsit javult, bár a zajban és jelben így is voltak bizonytalanságok, kisebb-nagyobb ugrások. A további javítás érdekében kipróbáltuk a laboratóriumban található összes cirkulátort és megnéztük, hogy mennyire tökéletes az izoláció a szomszédos portok között. Meglepetésünkre átlagosan 10 dB-nyi izolációt találtunk, ami nagyon kevés, ez biztosan okoz parazita jeleket.

A (4.19)-es ábrán látható maradék állóhullámok legvalószínűbb oka a cirkulátor tökéletlensége, ezért kipróbáltuk, hogy *Magic Tee* javít-e a helyzeten. Ismert a mikrohullámú irodalomban, hogy a *Magic Tee* is alkalmas duplexernek: az E és H portja közti izoláció 30 dB körüli⁹, azonban ezzel teljesítményt veszítünk a *Magic Tee* alapvető működése miatt. Kicseréltük a cirkulátort egy



4.20. ábra. Magic Tee a mikrohullámú duplexer szerepében

Magic Tee-re melynek az egyik oldalágát lezártuk. Az E ágba küldtük a forrás jelét, amely az egyik oldalágon lement az üregbe, majd onnan visszaverődve a H ágon keresztül jutott a mixerhez. Természetesen így a jel fele disszipálódott a Magic Tee lezárt oldalágán. A lezáráshoz egy 50 dB-s attenuátort használtunk mert a tapasztalat szerint erről kaptuk a legkevesebb reflexiót.

4.3.2. A rezonanciacsúcs megkeresése

A *Cavity Sweep* arra jó, hogy körülbelül megtudjuk, mekkora frekvencián kell keresnünk a rezonanciát. A pontos beállításhoz folyamatos sweepet al-

⁹Ezt mérésekkel is beláttuk.

kalmazunk 9,4-9,5 GHz között, és a mixer jelét nézzük oszcilloszkópon. Egy szimmetrikus rezonaciacsúcsot kell látnunk melynek maximuma vagy minimuma¹⁰ éppen a 0 szinten van. Ez automatikusan garantálja azt, hogy az ESR abszorpció esetén az üreg felől jövő többletreflexiós teljesítmény jó fázisban lesz a mixeren az LO ághoz képest. A mixer működését és a konkrét ESR esetre történő alkalmazását az egyszerűbb *balanced* mixerre mutatjuk meg, ami pl. a *Magic Tee*-vel és két mikrohullámú detektorral megvalósítható. A 4.21-es



4.21. ábra. A fázis és a szuszceptibilitások különböző helyzetei *balanced* mixelés esetén

ábrán mutatjuk a mikrohullámú fázis változását az ESR jelre. Ez egy kört ad meg, miközben a frekvencia áthalad a rezonancián. Az LO és RF közti fázis forgatásakor ennek a körnek a főtengelyét forgatjuk az LO irányához képest. Az ábran vastag nyíllal jelöltük a két detektorra (Det1 és Det2) érkező LO mikrohullám irányát. Ez nyitja ki a detektorokat, ezért a detektoron mért lekevert jel fázisa ehhez az irányhoz képest fog megjelenni.

A Magic Tee két oldal ágában, ahol a detektorok vannak, az RF és LO mikrohullámok fázisa éppen ellentétes egymással, ezt szemlélteti az ábra is. Az optimálisan beállított fázis esetén a két detektoron mért ESR jelek fázisa éppen egymással ellentétes, ezert a két detektor jelet egymásból kivonva kapjuk az ESR jelet. Ennek egy másik előnye, hogy az LO-ból származó DC jelek kivonódnak, így a forrás amplitúdó zajából származó zaj is csökken. Másrészt az ábra azt is szemlélteti, hogy az optimálisan beállított fázis mellett az ESR jel a χ'' -re érzékeny. Az ábra jobb oldala szemlélteti a nem optimális beállítást. Ez elvben lehetőséget adna a χ' mérésére, azonban belátható, hogy ebben az esetben a mért jel sokkal kisebb lenne. Végezetül megemlítjük, de mélyebben nem diszkutáljuk azt, hogy amikor az ESR spektrométer hangolásakor jó (azaz szimmetrikus) üregrezonancia "beszívást" hozunk létre, akkor éppen az optimális fázist állítjuk elő, ami automatikusan ahhoz vezet, hogy χ'' -t mérjük.

 $^{^{10}\}text{Ez}$ csak a mikrohullám fázisától függ, lehet 0 vagy π , az eredményt nem befolyásolja.

A megfelelő jelalak beállításához az üreg csatolását is kell állítani az írisszel. Az írisszel beállítjuk, hogy a rezonciacsúcs közel nulla legyen. Amikor ezt megtettük, lekapcsoljuk a sweepet, és csak a folytonos hullám jelét nézzük az oszcilloszkópon. A *HP Sweeper*-en kézzel léptetjük a frekvenciát addig, amíg az oszcilloszkóp kijelzőjén nem látunk nulla szintet, ami csak névleges mert az oszcilloszkóp nem tud nagyon alacsony feszültséget mérni. Ekkor a detektor jelét rákötjük a Lock-In erősítőre. Az ötletünk az volt, hogy nézzük a külsőleg choppolt jelet és a frekvenciát léptetve elérjük az abszolút nulla szintet. Ez sajnos nem vezetett jó eredményre, mert így lekerültünk teljes mértékben a rezonanciáról. A feltétezésünk az, hogy ilyen összeállításban a mixernek van egy nem nulla kimenő jele ami abból származik, hogy az LO és RF ág között van áthallás, így az LO ág jele az RF ágon keresztül eljut a pin diódára ahonnan visszaverődve a Lock-In már lát jelet.

Azt viszont tudjuk, hogy rezonancián a zaj értéke minimális. A feladat az, hogy az oszcilloszkópos minimum keresés után a Lock-In erősítőt zaj mérésre használjuk, moduláció nélkül és így léptetve a frekvenciát, megkeressük a zaj minimális szintjét. A kereséshez és az ESR méréshez is a Analog Modules 322-6 erősítőt használtunk ami százszorosat erősít a saját zaja pedig 380 $\frac{pV}{\sqrt{Hz}}$. A minimum zaj 200-250 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$, ekkor a PIN diódával modulált jel nagysága 6,7 mV. Ez a zajszint azt jelenti, hogy a Marki Mixerrel a termikus limitet egy kettes faktorral megközelítve tudunk mérni.

4.3.3. Az ESR spektrum felvétele

A beállítások után elkezdődhetett a spektrum felvétele. A Lock-In frekvenciája 100 kHz, időállandója 30 ms, a mágneses moduláció amplitúdója 100 mV, ami a korábbi kalibrációk alapján 0,2 Gaussnak felel meg. A *HP Sweeper* kimenő jele 20 dBm, az üreg előtt ezt 20 dB-vel attenuáltuk, így 0 dBm jutott az üregbe. A felvett spektrumot a ábrán láthatjuk

Az összehasonlítás végett felvettük a spektrumot az ismeretlen mintán, illetve a JEOL-lal is felvettük ugyanezen a mintán. A JEOL erősítője 700-szoros, ugyanilyen beállítások mellett. Megjegyezzük, hogy a JEOL vizsgálata során azt tapasztaltuk, hogy erősítőjének köszönhetően 6-7 $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ -es zajt képes produkálni a több száz $\frac{nV}{\sqrt{Hz}}$ helyett. Az erősítőnek van egy titka amit még nem értünk és még nem is találtunk megfelelő szakirodalmat hozzá. Sajnos a mérések közben a JEOL mikrohullám forrása meghibásodott ezért több mérésre nem volt lehetőségünk. A mérési eredmények főbb értékeit táblázatba rendeztem. A Jel jelenti a derivált jel két csúcsa közötti távolságot, a jel/zaj relatív arány a táblázatban szereplő Jel és Zaj hányadosa. Nem szabad elfeledkeznünk arról, hogy a saját híddal történő mérések esetén a 0 dBm-es jel fele okozott (-3 dBM) csak rezonanciát, viszont a JEOL-ban 0 dBm ment az üregre. A feszültség és a teljesítmény között a kapcsolat négyzetgyökös, ezért a jel $\sqrt{2}$ vel való szorzása becslést adhat a ténylegesen 0 dBm-en mért mérésekre. Ha



4.22. ábra. 1,3 mg DPPH-n mért spektrum a saját ESR híddal

DPPH	Jel	Zaj	jel/zaj
Saját híd $1,3 \text{ mg}$	$18,43 \mathrm{~mV}$	$200 \frac{nV}{\sqrt{Hz}}$	92150
Saját híd ismeretlen tömeg	1,25 mV	$200 \frac{nV}{\sqrt{Hz}}$	$6\ 250$
JEOL ismeretlen tömeg	387,75 mV	$5,5 \frac{\mu V}{\sqrt{Hz}}$	70500

4.2. táblázat. Spektrumok összehasonlítása

így tekintünk az ismeretlen tömegű mérések jel/zaj arányaira, akkor nyolcszor jobb a JEOL hídja mint a mi saját hidunk. Bizonytalanság persze van mert nem tudjuk mennyi veszteség van a vezetékeken, és *Magic Tee-n.* Továbbá azt sem tudjuk, hogy a JEOL saját forrása mennyire pontosan bocsájtja ki azt a teljesítményt ami rá van írva. Az ESR jel további vizsgálatát a (2.3)-es alfejezetben tárgyaljuk. Az így elért eredmények bíztatóak, ugyanis a JEOL zajszintje alatt tudunk mérni.

4.3.4. A számolt és mért ESR jelek viszonya

A (2.3) fejezetben és a függelékben ismertetett módon az ismert tömegű DPPH mintára az ESR jel kiszámítható. Ez összevethető a mért jel nagyságával.

$$U_{sz\acute{a}molt} = 0,263 \ mV \tag{4.8}$$

$$U_{m\acute{e}rt} = 0,184 \ mV \tag{4.9}$$

Ez igen jó egyezés, tekintve, hogy nem is vártunk 10-es faktornál jobbat mivel a számolás is igen sok tényezőtől függ és az ESR jel mérésének abszolút pontosságára is ismert, hogy konzervatívan becsülve hármas faktor bizonytalanságú. A tipikus gyakorlatban az ESR spektrométerek érzékenységét ismert tömegű és spintartalmú mintával szokták éppen ezért kalibrálni. Gyakorlatilag másfeles faktor hibánk van, ami elég kicsi egy ilyen komplex berendezés esetén. Ekkora bizonytalanság adódhat akár a pontatlan tömegből, akár a mikrohullámú teljesítmény bizonytalanságából is.

5. fejezet Összefoglaló

Méréseink és a szakirodalomban történő elmélyülésünk során megértettük, hogy milyen elven detektálnak az ESR spektrométerek igen kicsi mikrohullámú jelintenzitásokat. A mixereket jellemző legfontosabb tudnivalókat összefoglaltuk, néhány összeállításban a kereskedelmi és saját építésű mixereket leteszteltük. Ennek eredményeképpen tudjuk mire kell figyelni egy saját ESR mérőhíd építésekor.

Megépítettünk egy ESR mérőhidat, és ennek érzékenységét kimértük. Bár a saját hidunk jel/zaj aránya nyolcszor kisebb a JEOL hídjához képest, eredményünk biztató. A hidunkban minden alkatrészt ismerünk, tudjuk milyen feladatot látnak el. Továbbá sikerült nagy pontossággal modelleznünk az ESR jelet ebben az elrendezésben. A JEOL hídban van egy bizonytalanság mégpedig a benne levő erősítő miatt. Jelenleg annyit tudunk, hogy ez az eszköz a hullámvezető point-contact elven működő detektoroknál fellépő *Flicker Noi*se-t nagymértékben csökkenti, valószínűleg két dolog miatt: induktív bemenet és esetleg egy aktív áram folyatásával. Mindkét dolog célja ugyanaz: csökkenteni a detektoron átfolyó DC áramot, ami a *Flicker Noise* elsődleges forrása. Jövőbeli célunk ennek az eszköznek a megértése, beszerzése vagy megépítése.

Munkánk során kiderült, hogy laboratórium kulcsfontosságú eszköze a *HP Sweeper* alacsony teljesítményű mikrohullámot kibocsájtva zajos. Továbbá hullámvezető alkatrészeink veszteségeit is kimértük. Ezek az információk jövőbeli építkezésekhez nagyon hasznosak és irányadóak a 18 és 35 GHz-es ESR felé.

A. függelék

Mérnöki kifejezések és használatuk; dB, dBm, TSS, NEP, MDS

A dB vagy másként decibel egy logaritmikus egység. Az elektronikában általában feszültség értékek számolására használják.

$$dB = 20\log_{10}\left(\frac{x\ mV}{1\ mV}\right) \tag{A.1}$$

Az attenuálási szinteket, vagy erősítés nagyságát is dB-ben adják meg. Ha egy attenuátor 20 dB-s akkor az teljesítményben 100-as faktor csökkenést jelent viszont feszültség szempontjából csak 10-est.

A dBm hasonló a dB-hez de ez csak teljesítményre vonatkozhat.

$$dBM = 10\log_{10}\left(\frac{x\ mW}{1\ mW}\right) \tag{A.2}$$

Vegyük észre, hogy a két egység ugyanazt a fizika tartalmat hordozza. Ha pl. a *conversion* $loss = 6 \ dB$ akkor ez vonatkozik a ugyanannak a jelnek feszültségére is (kettes faktor), és a teljesítményére (négyes faktor) is.

A TSS Tangential Signal Sensitivity a teljesítmény detektoroknál egy fontos érték és elsősorban a mérnöki gyakorlatban használják. Megadja, hogy a jelen levő zaj minimuma, és a jel nélküli szint zaj maximuma között levő különbség mennyi teljesítményben kifejezve. Ez szoros kapcsolatban van a Noise Equivalent Power-rel vagy röviden NEP-pel. A NEP megadja, hogy mekkora az a bejövő teljesítmény ami az eszközön 1 jel/zaj arányt idéz elő. A két mennyiség közötti összefüggés dB-ben számolva [2]:

$$TSS = NEP + 4 \ dB + 5 \log_{10}(\Delta f) \tag{A.3}$$

A *Minimum Detectable Signal* vagy MDS gyakorlatilag a NEP-pel egyezik meg. Gyakran írják az

$$MDS = \frac{\sqrt{4k_B T \Delta f R}}{S} \tag{A.4}$$



A.1. ábra. TSS mérése [3]

alakban, ahol R a detektor ellenállását jelenti, S az érzékenységet, Δf pedig a sávszélességet [1].

B. függelékImpedanciaillesztés

Az impedanciaillesztés vagy *impedance matching* egyszerűen szemléltethető egy középiskolai szintű példán.



B.1. ábra. Egyszerű áramkör forrással, belső ellenállással egy külső terheléssel

Vegyünk egy egyenáramú kapcsolást; a fogyasztóra Z_L -re akkor jut a maximális teljesítmény $P_{max} = \frac{U_s^2}{4Z_L}$, ha ellenállása megegyezik a forrás belső ellenállásával, tehát $Z_S = Z_L$. Ekkor a forrásban a teljesítmény 50%-a disszipálódik el.

Váltakozó áramú hálózatok esetén a fönti meggondolások annyiban módosulnak, hogy a maximális teljesítmény eléréséhez $Z_S = Z_L^*$ egyenlőségnek kell teljesülnie, ahol Z_L^* a komplex konjugáltat jelenti. Ekkor teljesül az is, hogy a lezárásról a visszaverődés minimális. A fönti képet lehet általánosítani; forrás lehet egy vezeték is ami egy másik vezetékhez van csatlakoztatva. Ekkor is érdemes odafigyelni az illesztésre, ugyanis a visszaverődések zavaró jeleket, állóhullámokat okozhatnak. A detektorokról is azért van visszaverődés mert impedanciájuk nem egyezik meg a hullámimpedanciával. A reflexió elméleti hátterében a távíró egyenlet áll, melyet Olivier Heaviside írt fel 1880-ban. A visszaverődésre jellemzésére használnak reflexiós tényezőt

$$r = \frac{Z_L - Z_S}{Z_L + Z_S} \tag{B.1}$$

melynek segítségével az állóhullám arány σ számolható.

$$\sigma = \frac{1+|r|}{1-|r|} \tag{B.2}$$

A fönti kifejezés az angol *Standing Wave Ratio* SWR megfelelője ami feszültségre vonatkozik. Ennek a négyzete megadja a teljesítményre vonatkozó arányt a *Power Standing Wave Ratio*-t.

Az impedanciaillesztés ad magyarázatot a termikus zaj teljesítményben a 4-es faktor eltűnésére. Ha illesztés van akkor forráson a zaj egyik fele, a terhelésen pedig a zaj másik fele disszipálódik. Az impedanciaillesztés elméletét részletesen tárgyalja az elektronika és mikrohullámú technika szakirodalma [13, 18].

C. függelék

Lock-In faktorok

C.1. Jel mérés

Teljesítmény mérés esetén a Lock-In egy olyan négyszögjellel choppolja a mikrohullámú teljesítményt amely 0-1 között változik. Ez felel meg a teljesítmény ki-be kapcsolgatásának Ekkor a Lock-In TTL kimenete összeköttetésben áll a *HP Sweeper* Pulse in-out bementével.

Az 1 amplitúdójú négyszögjel Fourier sora:

$$f(t)_{N\acute{e}gysz\"{o}g} = \frac{4}{\pi} \left[\sin(\omega t) + \frac{1}{3}\sin(3\omega t) + \frac{1}{5}\sin(5\omega t) + \dots \right]$$
(C.1)

A kapcsolgatást leíró négyszögjel megfelel az $\frac{1}{2}$ amplitúdójú és $\frac{1}{2}$ -del eltolt négyszögjelnek:

$$g(t)_{N\acute{e}gysz\"{o}g} = \frac{1 + \frac{4}{\pi} \left[\sin(\omega t) + \frac{1}{3} \sin(3\omega t) + \frac{1}{5} \sin(5\omega t) + \dots \right]}{2}$$
(C.2)

A Lock-In ezzel a függvénnyel szorozza be az állandó P_0 teljesítményű mikrohullámot. A teljesítmény időfüggése:

$$P(t) = P_0\left(\frac{1}{2} + \frac{2}{\pi}\sin(\omega t)\dots\right)$$
(C.3)

Ez a jel kerül a detektorra. A Lock-In bármelyik harmonikus tagot ki tudja választani, a mérés elején ezt rögzítjük. Általában az első tagot vesszük figyelembe. Ez matematika nyelvén azt jelenti, hogy a Lock-In belső referencia jele $\sin(\omega t)$, ezzel a taggal szorzódik a bemenetre kerülő időfüggő jel függvényéve, esetünkben P(t). A Lock-In ennek a szorzatnak veszi a időátlagát a referencia jel szerinti periódusra. Az átlagolásba csak az a tag ad járulékot melynek frekvenciája megegyezik a referencia jel frekvenciájával. Ennek megfelelően a Lock-In nem méri a DC jelet ami a fönti függvény $\frac{1}{2}$ -es faktorából származik, sem a többi harmonikus tagból származó értéket. Amit a Lock-In kijelzőjén látunk:

$$U_{ki-LI} = \frac{2}{\pi} \frac{1}{\sqrt{2}} SP_0 = \frac{\sqrt{2}}{\pi} SP_0$$
(C.4)

A detektor érzékenységét S jelenti, az $\frac{1}{\sqrt{2}}$ az időátlag miatt kerül a kifejezésbe, mert a Lock-In négyzetes közepet, RMS-t mér. Egy T periódus idejű szinuszos feszültség RMS értéke:

$$U_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{T} \int_0^T \left[U_0 \sin\left(\frac{2\pi}{T}t\right) \right]^2 \mathrm{d}t} = \frac{U_0}{\sqrt{2}} \tag{C.5}$$

Ezért ha abszolút értékekről akarunk beszélni Lock-In mérés során szoroznunk kell a mért jelet $\frac{\pi}{\sqrt{2}}$ -vel, ahogy ezt (a 4.1) alfejezetben tettük az érzékenység meghatározásával kapcsolatban.

Mixerek esetén a szorzófaktorok megtalálásához a következő gondolatmenet vezet: Legyen a mikrohullámú feszültség értékünk $U_{MW} = V_0 \sin(\omega t)$, a négyszögjelünk amellyel choppoljuk a mikrohullámot $g = \left(\frac{1}{2} + \frac{2}{\pi}\sin(\Omega t)\right)$, a mixer LO feszültsége pedig $U_{LO} = A\sin(\omega t)$. A fázis faktorok a számolás szempontjából lényegtelenek, ugyanis a mérések során a jeleket maximalizáltuk ami azt jelenti, hogy a fáziskülönbségeket megfelelően állítottuk be, tehát azoktól nem függ az eredő jel. A choppolás és a mixelés egy-egy szorzásnak feleltethető meg. A choppolás után az a jel ami a mixer RF ágában halad:

$$U_{RF} = gU_{MW} = \frac{V_0}{2}\sin(\omega t) + \frac{V_0}{\pi}\left[\cos([\omega - \Omega]t) - \cos([\omega + \Omega]t)\right]$$
(C.6)

Ez a jel a mixerben összeszorzódik U_{LO} -val és K konverziós tényezővel. Mixelés után a jelünk:

$$U = KA\sin(\omega t) \left(\frac{V_0}{2}\sin(\omega t) + \frac{V_0}{\pi} \left[\cos([\omega - \Omega]t) - \cos([\omega + \Omega]t)\right]\right)$$
(C.7)

Trigonometrikus azonosságok felhasználásával a kifejezés

$$U = \frac{KAV_0}{2}\sin^2(\omega t) + \frac{KAV_0}{2\pi}[\sin([\omega - \omega + \Omega]t) + \sin([2\omega - \Omega]t) - \sin([\omega - \omega - \Omega]t) + \sin([2\omega + \Omega]t)] \quad (C.8)$$

alakot ölti, amely rendezve:

$$U = \frac{KAV_0}{2}\sin(\omega t)^2 + \frac{KAV_0}{\pi} \left[\sin(\Omega t) + \frac{\sin([2\omega - \Omega]t)}{2} - \frac{\sin([2\omega + \Omega]t)}{2}\right]$$
(C.9)

A mixer a nagyfrekvenciás tagokat kiszűri ezért ami bejut a Lock-In erősítőbe:

$$U_{IF} = \frac{KAV_0}{\pi}\sin(\Omega t) \tag{C.10}$$

A Lock-In ezt a jelet beszorozza a saját $\sin(\Omega t)$ jelével, és veszi az időátlagot. Tehát a kijelzett RMS érték:

$$U_{IF RMS} = \frac{KAV_0}{\pi\sqrt{2}} = \left(\frac{KA}{2}\right)\frac{2V_0}{\pi\sqrt{2}} \tag{C.11}$$

A conversion loss értékét a 2.37-es képlet szerint a $\left(\frac{KA}{2}\right)$ faktor hordozza ami $CL = 6 \ dB$ esetén $\frac{1}{2}$.

C.2. Zaj mérés

A mérnöki szakirodalomban a zajmérésekhez definiálták az ún. effektív zaj ekvivalens sávszélességet (ENBW) azért, hogy univerzális módon lehessen kifejezni a zaj nagyságát, az éppen alkalmazott szűrési technikától függetlenítve. Például a legegyszerűbb analóg szűrést használva-ami egy RC szűrést jelent $\tau = RC$ időállandóval – $ENBW = \frac{1}{4\tau}$. Digitális szűrést használva-amit a Lock-In erősítőn be tudunk állítani-pl. $ENBW = \frac{5}{6\tau}$ is lehet. A szűrést tés ezen keresztül az $ENBW \iff \tau$ kapcsolatot jellemzi a szűrési módszer meredeksége, a Slope. Ezt $\frac{dB}{oct}$ egységekben szokás megadni ahol a dB a szokásos feszültség csillapítást jelenti (6 $dB \Longrightarrow$ 2-es faktor). Az oktáv pedig frekvenciában jelent kettes faktort. Az analóg RC szűrőre pl. Slope = $\frac{6dB}{oct}$ ami megfelel $\frac{20dB}{dec}$ -nak. A decade a frekvenciában 10-es faktort jelent. Az általunk használt SR830 Lock-In berendezésben szűrők táblázata:

Slope	ENBW	Wait Time
6 dB/oct	1/(4T)	5T
12 dB/oct	1/(8T)	7T
18 dB/oct	3/(32T)	9Т
24 dB/oct	5/(64T)	10T

C.1. ábra. Szűrők és ENBW

A laborban mindig a $\frac{12dB}{oct}$ -os beállítást használjuk hagyományos okokból. Ez azt jelenti, hogy pl. $\tau = 30 \ ms$ mellett $ENBW = 4 \ Hz$ -zel mérünk egy jelet, így a mért adatsor zaja kb.kettes faktorral nagyobb mintha ENBW =1Hz-zel mérnénk. A dolgozatban mindenhol ahol zajmérésről van szó, a Lock-In saját zajmérését használjuk, ami a τ ésszerű értékei mellett, ENBW = $1 \ Hz$ -re vonatkoztatott zajt írja ki (X-Noise beállítás) [22].

Az adatsor zaját egyébként úgy lehet pontosan meghatározni, hogy statisztikai módszerrel az adatsor szórását σ számoljuk ki:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=0}^{N-1} (x_i - \mu)^2}$$
(C.12)

ahol N a mért pontok száma, x_i az adatsor egy pontja, μ az átlagértéke. Megmutatható, hogy az adatsoron látható csúcstól-csúcsig zaj nagyságának ez kb. 7-ed része, mivel a csúcstól-csúcsig zaj nem egy jól definiált, hanem szubjektív érték.

Az adatsor zaját a spektrumról olvastuk le, olyan helyen ahol nem volt rezonancia. A zaj tehát a 0 érték körüli fluktuációk csúcstól csúcsig vett nagysága ebben az esetben.

D. függelék

A detektálás határai mixerrel és teljesítmény detektorral

A termikus zaj teljesítménye a

$$P_{Noise} = 4k_B T \Delta f = \approx -168 \ dBm \tag{D.1}$$

ahol T=300 K, $\Delta f = 1$ Hz [12, 15]. Ezt a határt a természet adja, az olyan teljesítményt ami ez alatt van, nem tudjuk detektálni¹. Tehát a zajnak létezik egy elméleti alsó határa. A célunk az, hogy méréseink során ezt a zajszintet a lehető legjobban megközelítsük.

A mixer technika képes arra, hogy közel termikus zajszinten detektáljon. Ekkor a detektálható feszültség tipikus értékekkel számolva ($R=50 \Omega$):

$$U_{Mixer Noise} = \sqrt{(4k_B T \Delta f)R} = 9,099 \cdot 10^{-10} \ V = 0,91 \ nV \approx 1 \ nV \quad (D.2)$$

Tartsuk szem előtt, hogy ezt a képletet azért írhatjuk fel mert az LO-RF ág összeszorzásának köszönhetően, a mikrohullámú feszültséggel egyenesen arányos jelet tudunk detektálni.

Felmerül a kérdés, hogy tudnak-e a teljesítmény detektorok is ilyen alacsony zajszinten mérni. A válasz a detektálás mechanizmusában keresendő. A teljesítmény detektorokon a teljesítménnyel egyenesen arányos feszültségjel mérhető. Az arányossági tényező az érzékenység S. A video impedancia nem állandó érték, nagyságrendileg 1000 Ω .

$$U_{PowDet Noise} = SP_{MW} = \sqrt{(4k_B T \Delta f)R_{video}} \approx 1 \ nV \sqrt{\frac{R_{video}}{50\Omega}}$$
(D.3)

Kérdés az, mekkora P_{MW} teljesítménnyel érhetjük el az 1 nV-os zajszintet. Az már biztos, hogy az ellenállás nagyságrendje miatt 1 nV-ot nem tudunk elérni, de ha mégis, még mindig ott van az érzékenység, ami tipikusan $S = 500 \frac{mV}{mW}$ így

$$P_{MW} = \frac{1 \ nV}{500 \frac{mV}{mW}} = 2 \cdot 10^{-9} mW \approx -87 \ dBm \tag{D.4}$$

¹Ha van impedancia illesztés, akkor nincs a 4-es szorzó a képletekben.

Reális esetben $R_{video} \cong 4k\Omega$, és a teljesítmény csökkentésével ez egyre nő, ugyanis a dióda I-V görbéje egyre kevésbé meredekebb. Ekkor

$$P_{MW} = \frac{1 \ nV}{500 \frac{mV}{mW}} \sqrt{\frac{4000\Omega}{50\Omega}} \approx 1,789 \cdot 10^{-8} \ mW \approx -77 \ dBm \tag{D.5}$$



D.1. ábra. A mixerek és a teljesítmény detektorok közötti különbség általánosan

Azt látjuk, hogy a legkisebb detektálható jel szintjét sokkal nagyobb teljesítményen értük el. Ha alacsonyabb teljesítményt küldünk a detektorra, akkor is csak a határnak megfelelő feszültséget látjuk, tehát nem alkalmas további teljesítmény mérésre az eszköz. A fönti egyszerű meggondolások alapján mondhatjuk, hogy a teljesítmény detektorok 8-9 nagyságrenddel rosszabbak a minimálisan detektálható teljesítmény szempontjából mint a mixerek. Vegyük észre, hogy az ekkora nagyságrendi eltérés nem véletlen:

$$U_{Mixer} \sim U_{MW}$$
 (D.6)

$$U_{PowDet} \backsim P_{MW}$$
 (D.7)

$$U_{MW}^2 \backsim P_{MW} \tag{D.8}$$

A teljesítmény-feszültség függés négyzetes, dBm-ben pedig a négyzetre emelés 2-vel való szorzást jelent, amit a fönti számolások is mutatnak.

A teljesítmény detektorok használata nem túl kis teljesítmények egyszerű mérésére alkalmas, minden más esetben a mixerek sokkal jobb eredménnyel szolgálnak.

E. függelék

A JEOL JM-FE3 ESR spektrométer használati útmutatója

A munkánk során alaposan megvizsgáltuk a JEOL spektrométert. Több mérést is végeztünk (moduláció kimérése, erősítés nagyságának mérése, detektorok DC szintjeinek mérése stb.) amelynek eredményeit ebben a részben közöljük.

A JEOL detektor áram kijelzőjén az optimális munkapont kb. 0,7 körül van. Ezt akkor látjuk ha mindkét detektor rendben működik, ha csak az egyik, akkor lemegy 0,5 alá. Ez elsősorban a 9,45 GHz körüli használatkor van így. A kriosztátot használva a detektorok nincsenek optimális munkaponton, ilyenkor a detektoráram kisebb.

JEOL erősítője 700-szoros 100 kHz-en, és elég jól konstans széles sávú, 0,5-50 kHz-ig kb. 500-szoros. A JEOL-lal lehet mérni bármilyen más frekvencián is, az AFC 70 kHz-e és a Hall szonda 22 kHz-e kerülendő. Kisebb frekvencián a zaj nagyobb, ld. alább.

A JEOL híd hátulján lévő Det1-Det2 kapcsoló azt adja meg, hogy a tuningnál melyik detektor jelét látjuk DC-ben. Det1 a 108-as Det2 a 109-es. A szkóp a detektoron lévő DC feszültség 10 szeresét mutatja. A másik detektorra kapcsolva a beszívás helyett "felszívást" látunk.

A JEOL híd elején van egy kis poti csavar (a Det CURR alatt), ez az AFC fázisát állitja. Alapesetben nem kell hozzá nyúlni, a kriosztát használatakor előfordul, hogy kicsit állítani kell, ha nem akar a minimumra ráállni. Ilyenkor olyan, mintha a minimum "taszítaná".

JEOL kimeneti zaja 100 kHz-en kb. 5-6 μ V, tehát a detektorok bemenőekvivalens zaja 9 nV körüli (kicsit kisebb ha csak egy detektor van rákötve a rendszerre). Csak az erősítők kimenő zaja 4 μ V, kb. $\frac{1}{f}$ -es, 50 kHz-en nem sokkal több, 20 kHz-en már 3-szor annyi. Az egész rendszer eredő zaja is $\frac{1}{f}$ -es. A zajt mindenhol a detektor zaja dominálja, tehát a JEOL erősítője jól van tervezve, nem javítandó.

- moduláció 100 kHz-en: 2 G/V, 10 kHz-en: 20 G/V

- A JEOL mW- μ W kapcsolója, rosszul működik (fel állásban μ W, le állásban mW). Csak ha a teljesítmény le van tekerve, akkor lehet átkapcsolni.

- A VT-RT kapcsoló valószínűleg a buborékok zaját csökkenti a cseppfolyós nitrogénes mérésben. Tapasztalat szerint nem túl jó.

Referencia értékek ha minden jó: Det CURR. 0,7 körüli. A power gombra ez a szint érzéketlen legalább 20 mW-ig. Egyébként rossz a csatolás. A JEOL preamp kimenetének zaja 100 kHz körül 5-6 $\frac{\mu V}{\sqrt{Hz}}$.

Fontos referencia: Az ismeretlen tömegű DPPH minta 100 mV moduláció (kb. 0,2 G modulációs amplitúdó) és 1 mW mikrohullámú teljesítmény mellett 350 mV csúcstól csúcsig mért ESR jelet ad.

F. függelék

MAPLE számítások



> #Calculation of magnetic moment > M:=Magnetic_moment(chic,Bl); $M := \frac{0.00004521503287A_2^2 \sqrt{\frac{V_2^2 s_2^2}{m_-^4}} m_-}{J_-}$ > evalf(%); $0.00004521503287 A_{2}^{2} \sqrt{\frac{V_{2}^{2} s_{2}^{2}}{m_{4}^{4}}} m_{2}$ *J*_ > Bloch_equation_particle(w,T2); 715.5437461π > evalf(%); 2247.946976 > Effective_moment_number(chic,B1,v); $\frac{4.527209910\,10^9 A_{-}\sqrt{\frac{V_{-}^2 s_{-}^2}{m_{-}^4}}\,m_{-}^2}{J_{-}}$ > Power_emitted_by_cavity_all_parameters(Q,N,S,w,T2,Pin,r0,h0,T,vc,g); $\frac{0.0004049053223 \pi s_V^2 A_2^2 K_2}{J_2 \left(1 + \frac{0.6724 r t^2}{h \theta^2}\right)}$

G. függelék

Mikrohullámú feszültség a hullámvezetőben

BSc leadása után javított

Åltalános tapasztalatunk az, hogy a hullámvezetőben elhelyezett ún. waveguide (WG) detektor nagyobb feszültséget mutat mint egy adapter után elhelyezett koaxiális detektor. Mixerek esetében körülbelül tízszer, teljesítmény detektálás estén ötször nagyobb feszültségeket látunk. A WG detektort a hullámvezető hosszabbik oldalának felező pontjába helyezzük be, hosszúsága olyan, hogy éppen nem éri el a párhuzamos oldalt.



A nagyobb feszültség okát abban látjuk, hogy a koaxiális detektorok átlagos teret mérnek, míg WG detektorok egy lokális maximumot. Ezt az alábbi számolásban be is bizonyítjuk. A számolást X-sávú vezetőre végezzük, ez azt jelenti, hogy a=22,9 mm b=10,2 mm. A vezetőben csak 8-12 GHz-es mikrohullámok terjednek megfelelően. A kialakuló módus: TE_{01} . A Maxwell egyenletekből kiindulva,

$$div\mathbf{E} = 0 \quad div\mathbf{H} = 0, \tag{G.1}$$

$$rot\mathbf{E} = -i\omega\mu\mathbf{H} \quad rot\mathbf{H} = i\omega\varepsilon\mathbf{E},\tag{G.2}$$

egyenletek felhasználásával, továbbá figyelembe véve, hogy TE módus esetén $E_z{=}0$, a mágneses komponensekre írhatjuk

$$H_x = \frac{i\beta m\pi}{k_c^2 a} A_{mn} \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-i\beta z},\tag{G.3}$$

$$H_y = \frac{i\beta n\pi}{k_c^2 a} A_{mn} \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-i\beta z},\tag{G.4}$$

$$H_z = A_{mn} \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-i\beta z},\tag{G.5}$$

az elektromos komponensek pedig az

$$E_x = \frac{i\omega n\pi\mu}{k_c^2 b} A_{mn} \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-i\beta z},\tag{G.6}$$

$$E_y = -\frac{i\omega m\pi\mu}{k_c^2 a} A_{mn} \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-i\beta z},\qquad(G.7)$$

egyenletek szerint alakulnak. A bevezetett mennyiségek a következőket jelentik: $k_c^2 = \left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2$ ahol m = 0, 1, 2... és n = 0, 1, 2... $\beta = \sqrt{\omega^2 \varepsilon \mu - k_c^2}$, ω a mikrohullám körfrekvenciája. Mivel TE_{01} -es módust vizsgálunk ezért m=1 és n=0. Ekkor

$$E_x = E_z = 0 \text{ és } H_y = 0 \tag{G.8}$$

$$H_x = \frac{i\beta a}{\pi} A_{10} \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) e^{-i\beta z},\tag{G.9}$$

$$H_z = A_{10} \cos\left(\frac{\pi x}{a}\right) e^{-i\beta z},\tag{G.10}$$

$$E_y = -\frac{i\omega\mu a}{\pi} A_{10} \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) e^{-i\beta z},\qquad(G.11)$$

egyenletek érvényesek. Ebben a módusban tehát a mikrohullámú feszültség ami arányos E_y -nal csak az y irányban létezik. Sőt középen $x = \frac{a}{2}$ -nél éppen maximuma van a térerősségnek. A WG detektor gyakorlatilag ezt a térerősséget integrálja föl a vezető szélessége (b) mentén, így a hullámvezető két oldala közti feszültséget méri. Nézzük meg mennyi ez a feszültség adott mikrohullámú teljesítmény hatására. A számolás során a detektor szélességét elhanyagoljuk. Ehhez meg kell határoznunk a hullámvezető keresztmetszetén áthaladó teljesítmény és a kialakuló elektromos tér közti összefüggést.

A teljesítményt a Poynting-vektor vezető keresztmetszetére vett felületi integrálja adja meg

$$P_{10} = \frac{1}{2} \operatorname{Re} \int_{x=0}^{a} \int_{y=0}^{b} \left(\mathbf{E} \times \mathbf{H} \right) \mathbf{e}_{\mathbf{z}} \mathrm{d}x \mathrm{d}y, \qquad (G.12)$$

ahol $\mathbf{e_z}$ jelenti
azirányú egységvektort. Az integrálást elvégezve kapjuk, hogy

$$P_{10} = \frac{\omega \mu a^3 |A_{10}|^2 b}{4\pi^2} \text{Re}(\beta), \qquad (G.13)$$

esetünkben $\beta = \sqrt{\omega^2 \varepsilon \mu - \left(\frac{\pi}{a}\right)^2}$. Tehát ha tudjuk a mikrohullámú teljesítményt, akkor A_{10} kiszámolható ebből pedig E_y és U_y is adódik. Ha $x = \frac{a}{2}$ -nél vagyunk akkor

$$|E_y| = \sqrt{\frac{P_{10}4\pi^2}{\operatorname{Re}(\beta)\omega\mu a^3b}} \frac{\omega\mu a}{\pi},$$
(G.14)

és

$$U_y = |E_y|b = \frac{2\sqrt{P_{10}\omega b\mu}}{\sqrt{\beta a}} \tag{G.15}$$

A nagyságrendek szemléltetésére tipikus értékekkel kiszámoljuk a feszültséget a vezetőben. $\varepsilon = \varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \frac{As}{Vm}, \mu = \mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{Vs}{Am}, \omega = 2\pi 9,5 \cdot 10^9 \frac{rad}{s}, P_{10} = -20 \ dBm = 10^{-5} \ W^1 \ \beta = 144, 3 \frac{1}{m}$ -megjegyzendő, hogy ez a mennyiség a mikrohullám $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ hullámszámához közeli érték, ha nem lenne a $\frac{\pi}{a}$ faktor akkor 199,1 $\frac{1}{m}$ -t kapnánk. A feszültség abszolút értéke $U_y = 136 \ mV$ amit a G.15 képlet $\sqrt{2}$ -vel való szorzása után kapunk. Amit mi mértünk az 1SS69 detektorokból épített mixerrel az 229 mV ugyanezen teljesítményen. Több teljesítmény értékre is kiszámolva a feszültséget, összehasonlítva a mért értékekkel, azt mondhatjuk, hogy kettes faktoron belül meg tudjuk magyarázni a WG mixerek miért tudnak nagyobb feszültséget produkálni. Ez a bizonytalanság a mérési módszerből fakadhat. *A G.*12 képletben szereplő $\frac{1}{2}$ -es faktor az időátlagolás miatt jön be. Mivel mi choppoljuk a főág jelét, lehetséges hogy ez a faktor mégsem $\frac{1}{2}$.

A nagyobb feszültséget felfoghatjuk úgy is, hogy a detektor helyén a vezető lokális hullámimpedanciája nagyobb mint a B.1 képletben szereplő átlagos impedancia. A mixerben a teljesítményt megfelezzük majd a megfelezett teljesítményekből származott feszültség értékeket összeadjuk. Ez a számolásban még egy $\sqrt{2}$ -del való szorzást jelent, tehát a detektált jel nagysága elméletileg $U_y = 136\sqrt{2} \ mV$. Az ebből származtatott impedancia a $U = \sqrt{2PR}$ alapján $R = 1850 \ \Omega$. Bár a szakdolgozatban 721 Ω -val számoltunk, a tapasztalt növekedés ahhoz nem elég, hogy megmagyarázzuk a mixelés során bekövetkezett erősítést. Viszont a lokálisan nagyobb impedancia kielégítően magyarázza a koax és WG detektálás 10-es faktor különbségét, ugyanis a feszültség az ellenállás gyökével arányos. A koax detektorok bemenete 50 Ω -os, ezért legalább $\sqrt{\frac{1850}{50}} \approx 6$ -os faktorral nagyobb feszültséget kell tapasztalnunk a koax és WG detektálás között. A további eltérés oka, a detektor véges méretében és a megszaggatott mikrohullám sajátosságában keresendő.

¹Ez a HP Sweeperen kijelzett érték ami effektív, ezért ha amplitúdóval számolunk(mint most) ezt még $\sqrt{2}$ -vel szorozni kell az elkövetkezendő számolásokban.

Irodalomjegyzék

- [1] http://www.advancedsemiconductor.com/diodes/pointcontactdetector.shtml.
- [2] Sorensen. Coley. Quantitative comparison of solid state microwave detectors, 1966.
- [3] http://cas.web.cern.ch/cas/Denmark 2010/Caspers/Skyworks-SchottkyDiodes-Basics
- [4] http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/08472 90001.pdf.
- [5] http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5965 7238E.pdf.
- [6] http://jerg.ee.psu.edu/research/pdf/NoiseMeasurement8x11 2ver2.pdf.
- [7] http://michaelgellis.tripod.com/mixersin.html.
- [8] http://www.home.agilent.com.
- [9] http://www.ittc.ku.edu/jstiles/622/handouts/Mixer
- [10] http://www.microwaves101.com/encyclopedia/detectors.cfm.
- [11] http://www.ti.com/lit/an/slod006b/slod006b.pdf.
- [12] J. B. Johnson. Thermal agitation of electricity in conductors. Phys. Rev., 32:97–109, July 1928.
- [13] John D. Kraus. Elektromagnetics, 1988.
- [14] Sushil K. Misra. Multifrequency Electron Paramagnetic Resonance. Wiley VCH, 2011.
- [15] H. Nyquist. Thermal agitation of electric charge in conductors. Phys. Rev., 32:110–113, Jul 1928.
- [16] Charles P. Poole. Electron Spin Resonance A Comprehensive Treatise on Experimental Techniques. Interscience Publishers, 1967.
- [17] Robert V. Pound. Microwave mixers. New York and London McGraw-Hill Book Company INC, 1948.
- [18] David Pozer. Microwave engineering.
- [19] Cotter W. Sayre. Wireless design, 2008.
- [20] Chih-Tang Sha. Fundamentals of Solid State Electronics Study Guide. World Scientific Publishing, 1993.
- [21] T. C. L. Gerhard Solher and Charles L. Hartley. Audiofrequency noise in point contact microwave diodes, 1976.
- [22] Stanford Research System. Model sr830 dsp lock-in amplifier, 2005.
- [23] Richardson O. W. Thermionic Emission from Hot Bodies. Wexford College Press, 2003.