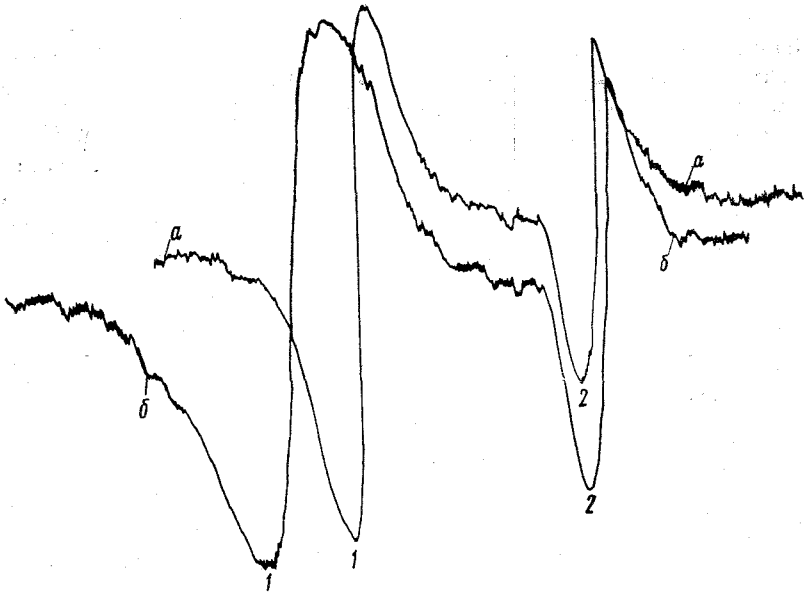
Записки Ленинградского орденов Ленина и Трудового Красного Знамени горного института им. Г. В. Плеханова, т. LVI, вып. 1, 1968 г.

УДК 543.5 : 538.2

ПОЛУЧЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОГО СИГНАЛА ПРИ АНАЛИТИЧЕСКИХ РАБОТАХ НА ЯМР-СПЕКТРОМЕТРЕ JNM-3H-60, BH-2

М. А. Слуцкин

Высокая чувствительность ЯМР-спектрометра JNM-3H, BH-2 (Japan electron optics laboratory Co. Ltd.) позволяет использовать его для экспрессного количественного анализа твердых веществ. Одна из существенных трудностей при этом связана с осуществлением записи калибровочного сигнала,



Вид сигналов ЯМР, записываемых при анализе *а* апатитового и *б* нефелинового концентратов.
Сигналы *1* — от анализируемой пробы, *2* — от эталона.

позволяющего учитывать погрешности анализа, которые возникают в результате неконтролируемых изменений аппаратурных параметров спектрометра. В первую очередь сюда относятся изменения добротности контура датчика, обусловленные непостоянством электрических свойств исследуемого вещества и изменения коэффициента усиления приемного устройства.

На спектрометре проводились работы по экспресс-анализу содержания P_2O_5 в апатитовом и Al_2O_3 в нефелиновом концентратах, выпускаемых обогатительными фабриками комбината «Апатит». Для получения калибровочного сигнала применялся внешний эталон, который помещался в датчик спектрометра одновременно с анализируемой пробой.* Однако подбор

* Попл Дж., Шнейдер В., Бернстейн Г. Спектры ядерного магнитного резонанса высокого разрежения. ИЛ, 1962.

внешнего эталона, обладающего химическим сдвигом, достаточным для раздельной записи сигналов от пробы и эталона, при большой ширине линии, характерной для исследуемых твердых веществ, невозможен. Для эталонирования использовались вещества, содержащие изотопы, ядра которых резонируют на частоте, близкой к частоте резонанса исследуемых ядер. Так, при анализе на фосфор в качестве эталонного был взят водный раствор LiCl (резонанс наблюдался на ядрах Li^7), а для анализа на алюминий — водный раствор NaBr (резонанс наблюдался на ядрах Na^{23}). Ампула диаметром 4 *мм* и высотой 50 *мм*, заполненная эталонным раствором, закреплялась по оси основной ампулы (диаметр 18 *мм*), помещаемой в мостовой датчик спектрометра. Анализируемые пробы засыпались в кольцевые пространства между стенками ампул.

При включенной развертке магнитного поля вначале записывался сигнал от образца, затем величина напряженности поля магнита скачкообразно изменялась до значения, близкого к резонансному для ядер эталона, и, благодаря продолжающейся развертке, записывался калибровочный сигнал.

Для скачкообразного изменения поля использовался блок циклирования магнитного поля спектрометра, позволяющий в широких пределах изменять величину тока в основных катушках магнита. Настройка потенциометра блока циклирования на необходимый сдвиг поля проводится перед началом работы и занимает 1—2 *мин*. В дальнейшем производится лишь включение и выключение батареи тумблером, имеющимся на панели прибора. В результате калибровочный сигнал может быть записан на произвольном расстоянии от сигнала анализируемой пробы (рисунок).

Мерой интенсивности служит величина отношения двойной амплитуды сигнала от образца к двойной амплитуде калибровочного сигнала.

Предлагаемая методика получения калибровочного сигнала дает возможность подобрать соответствующие эталоны практически для всех ядер, анализируемых методом ядерного магнитного резонанса.