Физика низких температур, 1995, т. 21, № 9, с. 974–982 УДК 536.48

Рефрижератор ядерного размагничивания с автоматизированной системой управления, сбора и обработки экспериментальных данных

А. А. Голуб, В. А. Гончаров, В. Р. Литвинов, В. А. Михеев, Э. Я. Рудавский, Ю. А. Токарь, А. М. Усенко, В. А. Шварц

Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины, Украина, 310104, г. Харьков, пр. Ленина 47

Статья поступила в редакцию 26 апреля 1995 г., после переработки 16 мая 1995 г.

Разработан рефрижератор ядерного размагничивания, предназначенный для различных физических исследований в области сверхнизких температур и имеющий автоматизированную систему управления, сбора и обработки экспериментальных данных. Описаны конструкция основных узлов и рабочие характеристики рефрижератора и системы автоматизации. На примере ЯМР-исследований квантовых кристаллов гелия проанализированы возможности работы установки в различных режимах.

Розроблено рефрижератор ядерного розмагнічування, призначений для різних фізичних досліджень в області наднизьких температур, обладнаний автоматизованою системою керування, збирання та обробки експериментальних даних. Описано конструкцію основних вузлів та робочі характеристики рефрижератора і системи автоматизації. На прикладі ЯМР-досліджень квантових кристалів гелію проаналізовано можливості роботи установки у різних режимах.

В последнее время для получения температур вблизи абсолютного нуля наибольшее распространение получил метод адиабатического размагничивания системы ядерных спинов. Его преимуществом перед методами адиабатической кристаллизации ^{3}He и размагничивания электронных спинов является возможность достижения существенно более низкой температуры. В сочетании с мощными рефрижераторами растворения ядерное размагничивание используется в ряде криогенных лабораторий [1–7] для получения температур $\sim 10^{-3}$–10^{-5} K.

Во ФТИНТ НАН Украины рефрижератор с ядерным размагничиванием был разработан и введен в эксплуатацию в 1987 году [8]. Все узлы рефрижератора изготовлены из отечественных материалов в собственных мастерских, а сама установка смонтирована в неэкранированной полуподвальной комнате с простейшей виброизоляционной системой. Несмотря на это, ее рабочие характеристики типичны для одноступенчатых рефрижераторов ядерного размагничивания такого класса: значение минимальной температуры в решетке хладагента после размагничивания составляет около 700 мкК, а остаточный теплоприток — 0,25 нВт на моль хладагента.

В течение ряда лет данная установка использовалась для проведения физических исследований квантовых кристаллов. В последнее время рефрижератор ядерного размагничивания был дополнен специально разработанной автоматизированной системой управления, сбора и обработки информации, что заметно повысило эффективность проводимых физических исследований. В данной работе описываются основные элементы и рабочие характеристики рефрижератора и автоматизированной системы, рассматриваются основные алгоритмы и средства программного обеспечения проведения ЯМР-экспериментов в твердом гелии и на примере измерения времени спин-спиновой релаксации демонстрируется работа установки в целом.

Общее устройство установки

Рефрижератор ядерного размагничивания включает следующие основные элементы:

рефрижератор растворения с 1 К камерой;

ступень ядерного размагничивания с тепловым ключом;

магнитную систему ступени ядерного размагничивания;

систему термометрии;

экспериментальное устройство для физических исследований;

автоматизированную систему управления, сбора и обработки экспериментальных данных.

Базой установки и основной частью антивибрационной системы является бетонное основание массой 20 тонн, изолированное от фундамента здания. На основании на трех металлических опо-

© А. А. Голуб, В. А. Гончаров, В. Р. Литвинов, В. А. Михеев, Э. Я. Рудавский, Ю. А. Токарь, А. М. Усенко, В. А. Шварц, 1995

рах смонтирована сильфонная система вакуумного подвеса низкотемпературной части рефрижератора и гелиевого криостата без азотного охлаждения [9]. Для уменьшения передачи вибраций откачные линии выполнены с применением металлорукавов и сильфонных развязок. Резонансная частота вертикальных колебаний низкотемпературной части рефрижератора в изолированном от основания положении составляет 2,5 Гц. В спектре вертикальных колебаний, измеренном с помощью емкостного акселерометра [10], имеется две основные линии на частотах 50 Гц (10^{-3} м·с$^{-2}$) и 1 кГц ($2\cdot10^{-3}$ м·с$^{-2}$). Горизонтальные колебания на частоте 100 Гц имеют амплитуду $5\cdot10^{-3}$ м·с$^{-2}$ и вызваны, как и вертикальные, работой механических насосов, обеспечивающих циркуляцию раствора в рефрижераторе растворения.

Рефрижератор растворения

Низкотемпературная часть установки, включающая рефрижератор растворения, ядерную ступень и магнитную систему, схематически представлена на рис. 1. Ниже фланца *1* вакуумной рубашки (не показана) расположена 1 К камера *4*, обеспечивающая непрерывный режим работы рефрижератора. Она заполняется жидким ^{4}He из внешней ванны через фильтр *8* и дроссель *2* и откачивается механическим насосом 2НВР-5Д с производительностью 5 л/с. Рабочая температура в камере составляет обычно 1,2–1,4 К.

Рефрижератор растворения включает камеру испарения, камеру растворения и систему теплообменников. Поток циркулирующего газообразного ^{3}He конденсируется в медном капилляре, расположенном внутри 1 К камеры, а необходимый для этого перепад давления создается основным дросселем *5* с сопротивлением потоку $3\cdot10^{10}$ см$^{-3}$. Затем жидкий ^{3}He попадает в теплообменник камеры испарения *6* и принимает температуру 0,6–0,8 К. Камера *6*, имеющая объем около 80 см^3, оборудована активным подавителем сверхтекучей пленки ^{4}He *3*, управляемым нагревателем.

После охлаждения до температуры камеры испарения циркулирующий ^{3}He через вторичный дроссель *7* поступает в систему теплообменников, которая включает непрерывный теплообменник *9* типа спираль в трубке и блок дискретных теплообменников. Между непрерывным и дискретными теплообменниками располагается промежуточная плита *11* с температурой около 100 мК, имеющая небольшой теплообменник со стороны разбавленной фазы. Блок дискретных теплообменников состоит из четырех малых *10* и двух больших *12* теплообменников [8]. Теплообменные поверхности малых теплообменников *10* изготовлены путем спекания медного порошка с размером частиц 7–40 мкм. Измеренное методом полиатомной ад-

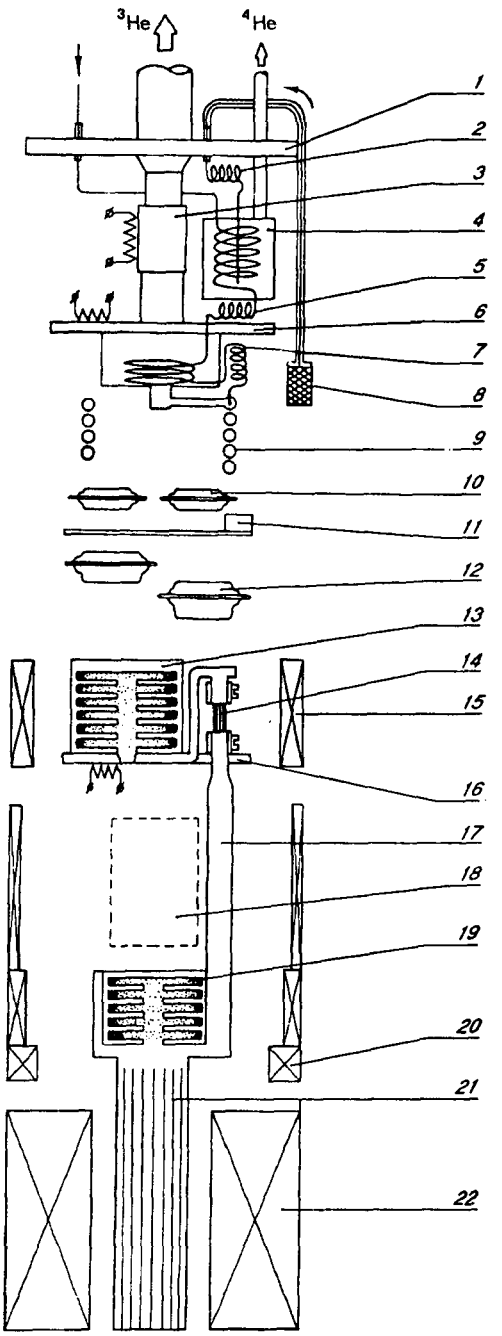

Рис. 1. Схема низкотемпературной части рефрижератора: *1* — фланец вакуумной рубашки; *2* — дроссель 1К камеры; *3* — подавитель сверхтекучей пленки; *4* — 1 К камера; *5* — основной дроссель; *6* — камера испарения с теплообменником; *7* — вторичный дроссель; *8* — фильтр ; *9* — непрерывный теплообменник; *10* — малый дискретный теплообменник; *11* — промежуточная плита; *12* — большой дискретный теплообменник; *13* — камера растворения; *14* — основной тепловой ключ; *15* — катушка управления основным тепловым ключом; *16* — плита камеры растворения; *17* — тепловая связь; *18* — пространство для экспериментальных ячеек; *19* — теплообменник ядерной ступени; *20* — компенсационная катушка; *21* — ядерная ступень; *22* — основной соленоид.

сорбции значение площади поверхности составило ≈ 2 м^2. В двух больших теплообменниках используются отечественные ультрадисперсные порошки (УДП) меди и серебра с размером частиц менее 700 Å, имеющие высокую чистоту и узкий фракционный состав. Измеренные значения площади поверхности теплообмена составили 13,5 и 25 м^2 соответственно.

Для предотвращения конвекции в соединительных трубках с разбавленным раствором, приводящей к неустойчивости в работе рефрижератора, трубки, по которым жидкость втекает в теплообменники со стороны более низкой температуры, имеют горизонтальные участки. Длина этих участков подбиралась таким образом, чтобы основное изменение температуры жидкого гелия происходило на этих участках.

Камера растворения *13* имеет корпус из нержавеющей стали, через который проходит медный стержень с разъемным коническим тепловым контактом для подсоединения камеры к медной плите *16*. Камера растворения вмещает 125 см^3 рабочего раствора ^{3}He–^{4}He, в ней располагаются 10 медных посеребренных дисков с напеченным серебряным УДП. Диски приварены к медному стержню микроплазменной сваркой. Суммарная расчетная площадь теплообмена в камере растворения не превышает 150 м^2. Измеренное тепловое сопротивление между жидким раствором ^{3}He–^{4}He в камере и плитой в диапазоне температур 20–100 мК описывается выражением $R = 30/T$ (T— температура в мК).

Циркуляция ^{3}He в криостате растворения осуществляется с помощью бустерного паромасляного насоса НВБМ-0,5 производительностью 750 л/с (по воздуху) и двух герметизированных включенных параллельно механических насосов АВЗ-20 и 2НВР-5Д производительностью 20 и 5 л/с соответственно. Максимальная скорость циркуляции ^{3}He составляет $9\cdot10^{-4}$ моль/с, а общий объем газовой смеси ^{3}He–^{4}He, используемой в криостате, равен 200 л (при нормальных условиях и концентрации ^{3}He 30%).

Холодопроизводительность криостата растворения описывается эмпирической формулой [11]

$$T_m^2 = A\dot{n} + 1{,}2\cdot10^{-2}\frac{\dot{Q}+\dot{Q}_0}{\dot{n}}, \qquad (1)$$

где T_m, К — температура жидкости в камере растворения; $\dot{n}$, моль/с — скорость циркуляции ^{3}He; A, К$^2\cdot$с/моль — параметр, обратно пропорциональный суммарной площади поверхности теплообмена теплообменников; $\dot{Q}$, Вт — мощность, выделяемая в камере растворения; $\dot{Q}_0$, Вт — остаточный теплоприток к камере растворения.

Эксперименты, проведенные при нескольких значениях $\dot{Q}$, показали, что полученные результаты хорошо описываются выражением (1) при $A = 0{,}5$ К$^2\cdot$с/моль и $\dot{Q}_0 = 0{,}5$ мкВт.

Ступень ядерного размагничивания

Рабочим веществом для ступени ядерного охлаждения *21* (рис. 1) служит медь. Конструктивно ядерная ступень выполнена в виде пучка из 4 000 плотно упакованных проволок диаметром 0,5 мм в изоляции из стекловолокна. Диаметр пучка составляет 40 мм, что позволяет разместить около 23 молей меди в среднеквадратичном магнитном поле 7 Тл. После отжига в вакууме 10^{-4} торр при температуре 650 °С в течение 100 ч отношение электросопротивлений при 300 и 4 К, *RRR* контрольных образцов проволоки составило 220. К верхней части пучка аргонно-дуговой сваркой приварены медный корпус теплообменника *19* для охлаждения объектов исследования в жидкой фазе и тепловая связь *17*, соединяющая ядерную ступень с тепловым ключом *14*. Теплообменник состоит из пяти медных посеребренных дисков с напеченным серебряным УДП с расчетной площадью поверхности 50 м^2. Тепловая связь выполнена из 16 полосок отожженной химически чистой меди (99,996%) и имеет отношение площади сечения к длине 0,048 см.

Для размыкания тепловой связи ядерной ступени с камерой растворения при адиабатическом размагничивании служит основной сверхпроводящий тепловой ключ *14*, изготовленный из 15 полосок сверхчистого алюминия (в исходном слитке $RRR > 10{,}000$). К обеим сторонам каждой полоски методом диффузионной сварки при температуре 475 °С в течение 10 мин приварены серебряные пластины-выводы. Пластины вставлены с одной стороны между посеребренными окончаниями тепловой связи *17*, а с другой стороны — между серебряными пластинами, приваренными к плите камеры растворения, и затем стянуты винтами, образуя два разъемных соединения. При гелиевых температурах электросопротивление теплового ключа и двух разъемных тепловых контактов составляет 0,3 мкОм.

Магнитная система ступени ядерного размагничивания

Магнитная система ступени ядерного размагничивания включает катушку теплового ключа *15*, компенсационную катушку *20* и основной соленоид *22*, размещенные во внешней гелиевой ванне. Соленоид *22* и катушка *20* включены навстречу друг другу и питаются аналоговым 200 А источником тока оригинальной разработки. Для замораживания магнитного потока имеется управляемый нагревателем сверхпроводящий шунт. Соленоид

создает среднеквадратичное магнитное поле $H = 7$ Тл в ядерной ступени при токе 160 А, а компенсационная катушка уменьшает H в области размещения экспериментальной ячейки (длиной 10 см и диаметром 5 см) до 0,1% его величины в центре соленоида.

Тепловой ключ управляется катушкой из сверхпроводящего провода, намотанной снаружи вакуумной рубашки. В процессе намагничивания поле основного соленоида в месте расположения теплового ключа и встречное поле, создаваемое катушкой теплового ключа, дают суммарное магнитное поле, превышающее критическое значение для алюминия. В режиме размагничивания, когда поле основного соленоида уменьшается до 3 Тл, ток в катушке теплового ключа плавно выключается при последующем размагничивании и ключ остается в сверхпроводящем состоянии.

Система термометрии

В качестве основных термометров сверхнизких температур в рефрижераторе используются кристаллизационные термометры, принцип работы которых основан на измерении давления вдоль кривой плавления ^{3}He, и имеющие конструкцию, аналогичную описанной в [12]. Один из таких термометров расположен на плите камеры растворения, а другой — на ступени ядерного размагничивания.

Градуировка тензометрического емкостного датчика каждого кристаллизационного термометра производится при температуре 1 К после конденсации ^{3}He в емкость термометра. Соответствующие отсчеты установившегося давления P по образцовому манометру Бурдона и емкости датчика C обрабатываются методом наименьших квадратов с аппроксимирующей функцией вида $P = f(C^{-1})$ и использованием реперных точек на кривой плавления

$$P - P_{\text{rep}} = \sum_{n=1}^{N} A_n (C_{\text{rep}}^{-1} - C^{-1})^n , \qquad (2)$$

где N следует положить равным 3–5 для минимизации среднеквадратичной ошибки. Реперными точками служат точка минимума давления на кривой плавления ($P_{\min} = 2{,}9316$ МПа и $T_{\min} = 318$ мК) и точка антиферромагнитного упорядочения в твердой фазе в слабом магнитном поле ($P_s = 34{,}393$ МПа и $T_s = 0{,}91$ мК). В точке T_s на кривой плавления наблюдается излом на температурной зависимости давления и происходит потеря чувствительности используемого в данной работе кристаллизационного термометра. Интервал давлений $P_s - P_{\min}$ разбивается на два участка $P_s - P'$ и $P' - P_{\min}$, в каждом из которых используется своя реперная точка [13,14].

Особенность на термограмме отогрева, связанная с переходом жидкого ^{3}He в кристаллизационном термометре из сверхтекучей A-фазы в нормальное состояние при $T = 2{,}5$ мК, использовалась для проверки правильности установки низкотемпературной части лабораторной шкалы [12,13].

Свидетельством правильности использования температурной шкалы служило также совпадение величины остаточного теплопритока, рассчитанного по времени отогрева ядерной ступени, со значением, полученным экспериментально по измерению скорости отогрева ядерной ступени при введении градуированного теплопритока.

Для контроля работы рефрижератора и измерения температуры различных его элементов использовались также угольные термометры, сопротивление которых регистрировалось с помощью моста переменного тока S-72A при напряжении 10 мкВ. Провода, идущие к этим термометрам, имели LC-фильтры, расположенные внутри криостата. Однако эти термометры удовлетворительно работали лишь при температурах выше 30 мК.

Степень адиабатичности процесса размагничивания и остаточный теплоприток

В адиабатических условиях отношение величин магнитного поля к температуре подсистемы ядерных спинов B/T в процессе размагничивания должно сохраняться. Однако в реальных условиях за счет теплопритоков эта величина не сохраняется. Для определения степени адиабатичности был проведен эксперимент, результаты которого представлены на рис. 2.

Начальное магнитное поле B_i, при котором проводилось намагничивание, составляло 7 Тл, а на-

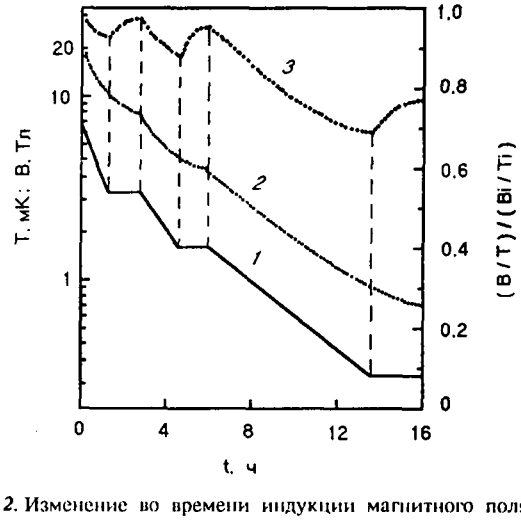

Рис. 2. Изменение во времени индукции магнитного поля B (*1*), температуры, измеряемой кристаллизационным термометром T (*2*) и относительное изменение величины B/T (*3*) в процессе размагничивания системы ядерных спинов.

чальная температура равнялась 18,5 мК. Размагничивание проводилось ступенчато до конечного магнитного поля $B_f = 0{,}27$ мТл. При этом были сделаны две промежуточные остановки при 3 и 1,4 Тл. В этих точках время тепловой релаксации между подсистемами ядерных спинов и электронов проводимости не превышало 0,6 ч, а равновесные значения отношения $(B/T)/(B_i/T_i)$, характеризующего степень адиабатичности, составляли соответственно 0,97 и 0,955. При конечном поле эта величина уменьшилась до 0,74, что свидетельствует о значительной потере энтропии за время около 16 ч.

После завершения размагничивания был определен остаточный теплоприток к ядерной ступени по изменению угла наклона термограммы отогрева при введении калиброванного теплопритока с помощью медного нагревателя ядерной ступени. Остаточный теплоприток составил 0,25 нВт на моль хладагента, что соответствует времени отогрева, наблюдаемому в эксперименте, от 1 до 1,2 мК за двое суток. Отметим, что этот результат был достигнут через месяц после охлаждения в область гелиевых температур. Аналогичные измерения, сделанные через неделю после запуска рефрижератора, показывали значительно больший теплоприток (0,4 нВт на моль хладагента). Такое изменение теплопритока во времени, по-видимому, связано с орто-пара конверсией водорода, растворенного в материалах, из которых изготовлена ядерная ступень [5].

По известному теплопритоку к ядерной ступени и отклонению от адиабатичности была сделана оценка наинизшей температуры, которую можно достичь в данном рефрижераторе (≈ 200 мкК). Однако непосредственно измерить ее кристаллизационным термометром не представляется возможным, так как термометр теряет свою чувствительность, как уже указывалось, при температуре $\approx 0{,}9$ мК.

Экспериментальное устройство для ЯМР-исследований твердого гелия

Описываемый рефрижератор используется для проведения ЯМР-измерений в квантовых кристаллах гелия. Схема экспериментального устройства вместе с некоторыми основными элементами рефрижератора, включающими камеру растворения *1*, основной тепловой ключ *2* с тепловой связью *4*, ядерную ступень *18* с основным соленоидом *17* и компенсационной катушкой *15*, показана на рис. 3. Несущим элементом устройства и тепловой связью между его частями является серебряная скоба *14*, к которой посредством резьбовых и прижимных соединений прикреплены кристаллизационный термометр *5*, измерительная ЯМР-ячейка *7* и медный нагреватель *13* ($R = 0{,}82$ Ом при $T = 4{,}2$ К). Скоба закреплена на ступени *18* с помощью двух графитовых опор (на рис. 3 не показаны) и имеет тепловую связь с ней через малый алюминиевый тепловой ключ *16*, управляемый компактным сверхпроводящим соленоидом с ниобиевым экраном, размещенным внутри вакуумной рубашки. Такая конфигурация позволяет использовать устройство в качестве адиабатического калориметра в области температур 1–100 мК. Ячейка *7*, изготовленная из эпоксидной композиции Stycast 1266, имеет емкостный тензометрический датчик давления *12* с мембраной из того же материала. Охлаждение образца в ячейке осуществляется через серебряный хвостовик с теплообменником *8*, площадь поверхности теплообмена которого $S = 0{,}2$ м^2.

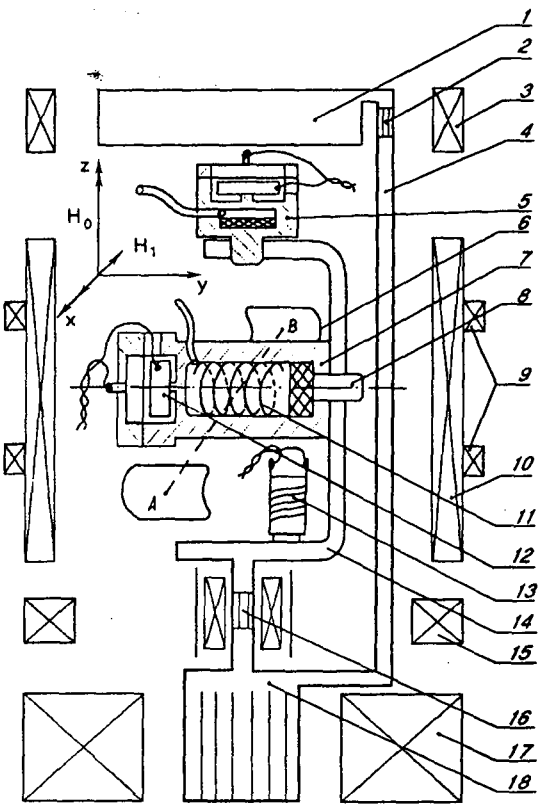

Рис. 3. Схема экспериментального устройства для ЯМР-измерений в твердых растворах изотопов гелия: *1* — камера растворения; *2* — основной тепловой ключ; *3* — катушка управления ключом; *4* — тепловая связь с ядерной ступенью; *5* — кристаллизационный термометр; *6* — седлообразная передающая ЯМР-катушка; *7* — корпус измерительной ячейки; *8* — серебряный хвостовик с теплообменником; *9* — катушка линейного градиента магнитного поля вдоль оси *z*; *10* — соленоид постоянного ЯМР-поля H_0; *11* — приемная ЯМР катушка; *12* — емкостной датчик давления; *13* — медный нагреватель; *14* — серебряная скоба; *15* — компенсационная катушка; *16* — малый тепловой ключ с катушкой управления и ниобиевым экраном; *17* — основной соленоид; *18* — ядерная ступень. На вставке показаны направления магнитных полей.

На рисунке показаны направления магнитных полей, необходимых для проведения ЯМР-эксперимента. В общем случае ЯМР-поле H_0 является суперпозицией полей. В основном оно создается расположенным во внешней ванне соленоидом *10* с коррекцией однородности поля в области ячейки, однако при определенных режимах на него накладываются «хвосты» от магнитной системы ступени размагничивания. Для коррекции однородности поля H_0, а также для создания линейного градиента вдоль оси z предназначена градиентная катушка *9*.

Радиочастотное поле H_1, направленное вдоль оси x, создается седлообразной передающей катушкой *6*, которая термически изолирована от корпуса ячейки двумя графитовыми кольцами. (На рис. 3 рамки катушки *6* условно раздвинуты вдоль линии AB.) Для приема ЯМР-сигнала используется медная цилиндрическая катушка *11*, расположенная непосредственно в полости ячейки и ориентированная вдоль оси y.

Описанное экспериментальное устройство позволяет проводить измерения ядерной магнитной восприимчивости, времени спин-спиновой и спин-решеточной релаксации, коэффициента спиновой диффузии, а также теплоемкости при постоянном объеме, давления и температуры в жидком и твердом гелии и смесях его изотопов.

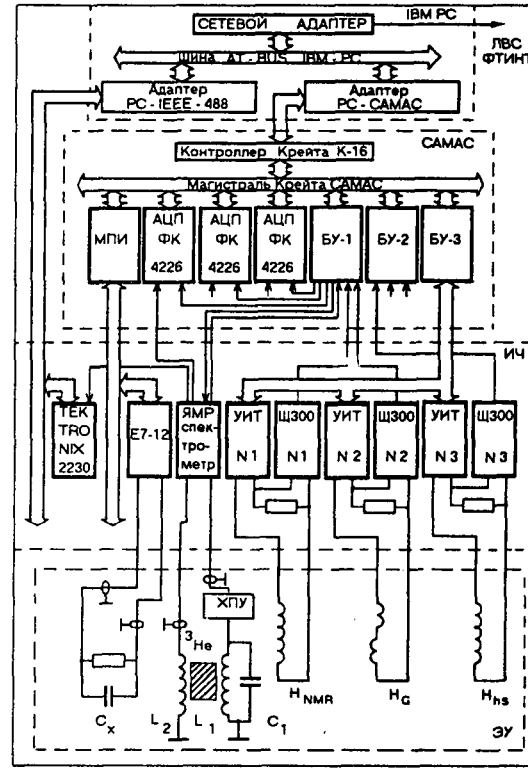

Рис. 4. Блок-схема измерительной части автоматизированной системы для проведения ЯМР-измерений при сверхнизких температурах.

Автоматизированная система управления, сбора и обработки данных

Эта система включает приборные и программные средства, обеспечивающие проведение ЯМР-измерений в твердом гелии и дальнейшую обработку результатов. На рис. 4 приведена принципиальная блок-схема приборной части системы, на которой можно выделить описанное выше экспериментальное устройство, измерительную часть и управляющий работой системы компьютер типа IBM PC. Поскольку данный компьютер не предназначен для автоматизации физического эксперимента, а часть приборов не имеет стандартных интерфейсов связи, для их сопряжения используется магистрально-модульная система CAMAC со специально разработанными блоками управления БУ-1—БУ-3.

Проведение ЯМР-экспериментов основано на использовании импульсного ЯМР-спектрометра с охлаждаемым широкополосным предварительным усилителем (ХПУ) в приемном тракте. По команде управляющей программы блок БУ-1 формирует импульс запуска спектрометра, который в свою очередь посылает радиочастотный импульс на передающую катушку L_2. Наведенный в резонасном контуре L_1-C_1 ЯМР-сигнал усиливается предварительным и основными усилителями спектрометра, и в дальнейшем в зависимости от программы измерений реализуется один из возможных режимов:

1) сигнал детектируется и интегрируется непосредственно спектрометром и передается через БУ-1 в компьютер в цифровой форме;

2) усиленный аналоговый сигнал с выхода спектрометра преобразуется и запоминается либо цифровым осциллографом TEKTRONIX 2230, либо одним из аналого-цифровых преобразователей типа ФК, и в виде массива чисел поступает для обработки в компьютер.

Температура образца, измеряемая кристаллизационным термометром, определяется по величине электрической емкости его датчика C_x (рис. 4) с помощью моста Е7-12. Подобным же образом измеряется и давление в экспериментальной ячейке с исследуемым образцом твердого гелия.

Для питания соленоидов *3*, *9*, *10* (рис. 3), создающих основное ЯМР-поле H_{NMR}, поле градиентной катушки H_G и поле катушки управления тепловым ключом H_{hs}, используются специально разработанные и изготовленные управляемые цифровые источники тока УИТ на основе 16-ти разрядных ЦАП типа AD569 KN, которые обеспечивают режимы плавной развертки токов питания

и их стабилизацию с точностью $\sim 10^{-5}$. Блок управления БУ-3 управляет работой этих источников и позволяет задавать различные законы изменения тока во времени. Величина постоянного тока в цепях питания указанных магнитов измеряется в автоматическом режиме с помощью аналого-цифровых преобразователей типа Щ300, а результат измерений выводится на внешние устройства в двоично-десятичной форме.

Как уже упоминалось, блок БУ-1 осуществляет дистанционный запуск ЯМР-спектрометра по команде компьютера, анализирует готовность спектрометра, производит прием от него информации и выдачу ее на магистраль CAMAC. Кроме этого, он обеспечивает синхронизацию работы и прием информации от двух преобразователей Щ300 с передачей ее на магистраль CAMAC, а также производит внешний запуск осциллографа TEKTRONIX 2230, АЦП ФК 4224 и ФК 4226. Блок управления БУ-2 предназначен для синхронизации и приема информации от трех других преобразователей Щ300 и выдачи ее на магистраль CAMAC.

Модуль приборного интерфейса (МПИ) предназначен для подключения к магистрали CAMAC различных приборов и устройств, использующих байт-последовательный способ обмена информацией (стандарт IEEE-488), например измерителя Е7-12.

В системе используются адаптер PC-CAMAC и контроллер К-16 для сопряжения магистрали CAMAC и шины AT-BUS компьютера, а также адаптер PC-IEEE 488 для подключения приборов, использующих данный стандарт, непосредственно к шине компьютера.

Алгоритмы и программные средства проведения ЯМР-измерений

Комплекс программ обеспечения ЯМР-экспериментов в твердых растворах изотопов гелия в милликельвиновой области температур включает программу проведения эксперимента в реальном масштабе времени и программы обработки результатов, написанные на языке C++ в среде MS-DOS.

Программа проведения ЯМР-эксперимента разработана и реализована с применением методов объектно-ориентированного программирования и выполнена в виде базового класса, в котором реализован общий алгоритм ЯМР-измерений, и производных классов, обеспечивающих настройку на ЯМР-линию, настройку на 90°-й импульс и измерение температурных зависимостей парамагнитной восприимчивости χ, времени спин-решеточной релаксации T_1, времени спин-спиновой релаксации T_2 и коэффициента диффузии D. Ниже приведено описание режимов работы системы.

Поиск и настройка на ЯМР-линию (FOUNDLINE)

По командам программы осуществляется облучение образца радиоимпульсами фиксированной длительности на заданной частоте f_0 и измерение амплитуды U сигнала свободной индукции при одновременном изменении поля H_0, что достигается линейным изменением (протяжкой) тока питания ЯМР-соленоида при постоянстве остальных полей, составляющих H_0. Параметры изменения (квант изменения и скорость протяжки) задаются пользователем в диалоговом режиме. При достижении условия резонанса $f_0 = \gamma H_0/2\pi$ на зависимости U от H_0 наблюдается абсолютный максимум, по которому программа определяет необходимый ток питания ЯМР-соленоида. После настройки при проведении измерений, описываемых ниже, программа удерживает токи питания всех соленоидов в заданных пределах.

Настройка 90°-го отклоняющего импульса (FOUND90)

Настройка производится в условиях резонанса. Длительность импульса τ_{dur} изменяется программно с заданным шагом. По положению максимума (минимума) на зависимости U от τ_{dur} определяется длительность 90° (180°)-го импульса.

Измерение температурной зависимости ядерной парамагнитной восприимчивости χ

После завершения настроек по команде программы генерируется последовательность 90°-х или малоугловых импульсов H_1 с интервалом между импульсами $\Delta T > 5T_1$. Для определения температурной зависимости восприимчивости χ после каждого импульса измеряется амплитуда сигнала свободной индукции U, которая в постоянном магнитном поле пропорциональна равновесной намагниченности образца $M_0 = \chi H_0$, и емкость датчика кристаллизационного термометра, по которой определяется температура. Измерения проводятся в температурном интервале, в котором выполняется закон Кюри—Вейсса для твердого ^{3}He данной плотности, и позволяют определить знак и величину постоянной Вейсса.

Измерение времени спин-решеточной релаксации T_1

Измерение производится с применением стандартной последовательности 90°–τ–90°, если $T_1 >> T_2$, либо последовательности 180°–τ–90° при произвольных T_1 и T_2, где τ — время между импульсами. В работах [15,16] подробно описана

работа программы в данном режиме и приведены результаты измерений в твердых растворах ^{3}He–^{4}He.

Измерение времени спин-спиновой релаксации T_2

Для определения T_2 в данной работе применяется метод Карра–Парселла [15], в котором используется импульсная последовательность 90°–τ–180°. Импульсы формируются по командам программы, в которой в диалоговом режиме произведена установка начального и конечного значений τ и квант его изменения, количество повторных измерений с одним значением τ, а также интервал времени между парами импульсов $\Delta t > 5T_1$. Через время 2τ после первого импульса в приемном контуре наводится сигнал спинового эха, который запоминается осциллографом или быстродействующим АЦП. При этом в общем случае амплитуда эха h в момент времени 2τ описывается выражением

$$h(2\tau) = h_0 \exp\left[-(2\tau/T_2) - \frac{2}{3}\gamma^2 G^2 D\tau^3\right] , \quad (3)$$

где h_0 — амплитуда сигнала свободной индукции после первого 90°-го импульса; G — градиент магнитного поля вдоль оси z в области ячейки; D — коэффициент спиновой диффузии. Для измерения T_2 создаются условия, при которых вторым слагаемым в показателе экспоненты (3) можно пренебречь, тогда

$$h(2\tau) \simeq h_0 \exp(-2\tau/T_2) . \quad (4)$$

Время T_2 находится при обработке полученных данных методом наименьших квадратов по углу наклона зависимости

$$\ln \frac{h(2\tau)}{h_0} = -\frac{2\tau}{T_2} . \quad (5)$$

На рис. 5 изображены сигнал спинового эха и вызывающая его появление последовательность импульсов (рис. 5,*а*), результаты измерения амплитуд эхо-сигналов в 3,18% растворе ^{3}He в ГПУ ^{4}He при температуре 20 мК и давлении 3,7 МПа на конечной стадии его изотопического фазового разделения (рис. 5,*б*), а также результаты измерения T_2 при различных температурах (рис. 5,*в*). Найденное таким образом значения T_2 с понижением температуры монотонно уменьшается.

Измерение коэффициента спиновой диффузии D

Для измерения D используется та же последовательность 90°–τ–180°, но при условиях, когда можно пренебречь первым членом в показателе экспоненты в выражении (3). Этого можно достичь при достаточно больших градиенте магнитного поля G

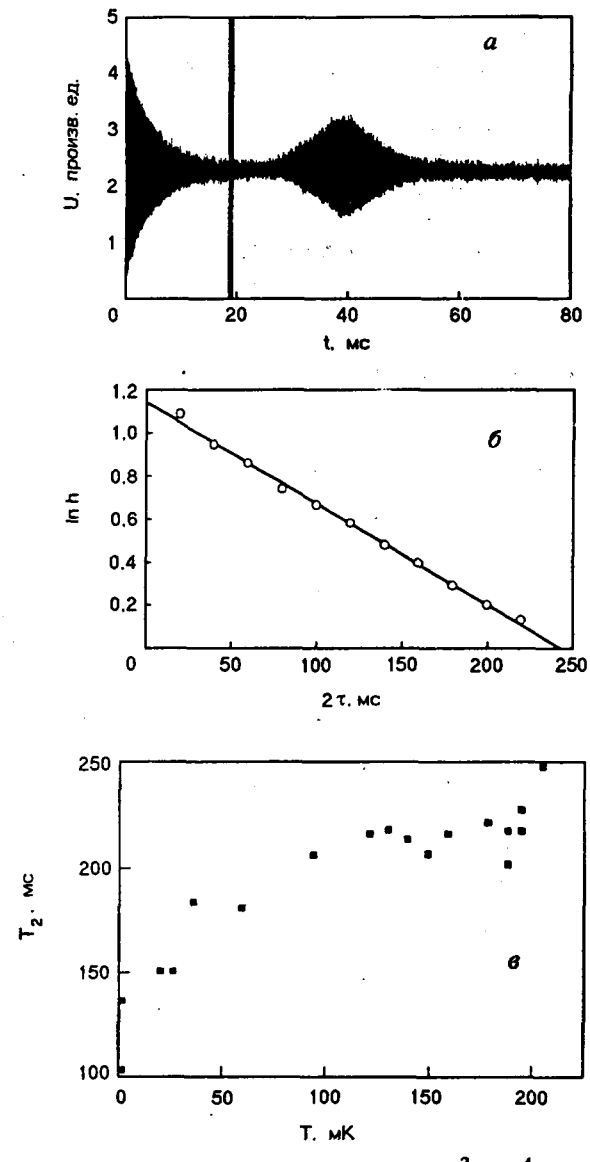

Рис. 5. Эхо-сигнал в образце твердого раствора ^{3}He в ^{4}He при температуре 20 мК (*а*). Зависимость амплитуд эхо-сигналов от удвоенного времени между 90°- и 180°-го импульсами в последовательности Карра–Парселла. Сплошная линия — аппроксимация экспериментальных данных выражением (5) (*б*). Результаты измерения T_2 при различных температурах в образце распавшегося раствора при давлении 3,7 МПа (*в*).

и времени τ. Тогда зависимость относительных амплитуд эхо-сигналов от G должна описываться выражением

$$\ln[h(G^2)/h_0^*] \simeq -\frac{2}{3}\gamma^2 G^2 D\tau^3 , \quad (6)$$

где h_0^* — амплитуда эхо-сигнала при $G = 0$. Изменение G производится при изменении тока I_G в градиентной катушке по командам программы. Установка начального и конечного значений тока I_G и кванта его приращения, количества измерений при фиксированном G, паузы между ними и

времени между импульсами τ задается в диалоговом режиме. Результаты измерений амплитуды эха сигналов в моменты стабилизации градиента в зависимости от величины G^2 обрабатываются, согласно (6), и из угла наклона определяется D.

В заключение отметим, что разработанный рефрижератор сочетает в себе возможность проведения разнообразных физических исследований в милликельвиновой области температур с использованием гибкой системы автоматизации измерений. Система позволяет при реализации новых алгоритмов измерений легко изменять архитектуру и создавать новые программные средства, интегрируемые в основную программу ведения эксперимента.

Работа была частично поддержана Международным научным фондом Сороса (гранты N2N000 и U9U000), а также Европейским фондом INTAS (проект 94-3416).

1. A. I. Ahonen, P. M. Berglund, M. T. Haikala, M. Krusius, O. Lounasmaa, and M. A. Paalanen, *Cryogenics* **16**, 521 (1976).
2. H. Ishimoto, N. Nishida, T. Furubayashi, M. Shinihara, Y. Takano, Y. Miura, and K. Ono, *J. Low Temp. Phys.* **55**, 17 (1984).
3. D. I. Breadley, A. M. Guenault, V. Keith, C. J. Kennedy, I. E. Miller, S. G. Musset, G. R. Pickett, and W. P. Pratt, *J. Low Temp. Phys.* **57**, 359 (1984).
4. А. С. Боровик-Романов, Ю. М. Буньков, В. В. Дмитриев, Ю. М. Мухарский, Г. К. Твалашвили, *ПТЭ* N 3, 185 (1985).
5. K. Gloos, P. Smeibidl, C. Kennedy, A. Singaus, P. Sekowsky, R. M. Mueller, and F. Pobell, *J. Low Temp. Phys.* **73**, 101 (1988).
6. G. Frossati, *J. Low Temp. Phys.* **87**, 595 (1992).
7. F. Pobell, *J. Low Temp. Phys.* **87**, 635 (1992).
8. Б. И. Веркин, А. А. Голуб, В. А. Гончаров, В. А. Михеев, Э. Я. Рудавский, В. П. Руснак, В. А. Шварц, *Препринт 27-87, ФТИНТ НАН Украины*, г. Харьков (1987).
9. В. А. Гончаров, В. Н. Лукашев, Н. И. Першин, Э. Я. Рудавский, А. С. № 947593 (СССР), МКИ ^{3}F 25 D 3/10, опубл. 30. 07. 1982, Бюлл. 28.
10. Г. А. Михайлов, *ПТЭ* №6, 221 (1985).
11. G. Frossati, *J. Phys. (Paris)* **39**, suppl. No 8, 1578 (1978).
12. D. S. Greywall and L. A. Bush, *J. Low Temp. Phys.* **46**, 451 (1982).
13. D. S. Greywall, *Phys. Rev.* **B33**, 7520 (1986).
14. H. Fukuyama, H. Ishimoto, T. Tagaki, and S. Ogawa, *Phys. Rev.* **B36**, 8921 (1987).
15. Т. Фаррар, Э. Беккер, *Импульсная и фурье-спектрометрия ЯМР*, Мир, Москва (1973).
16. В. А. Шварц, Н. П. Михин, Э. Я. Рудавский, Ю. А. Токарь, А. М. Усенко, В. А. Михеев, *ФНТ* **20**, 645 (1994).
17. В. А. Шварц, Н. П. Михин, Э. Я. Рудавский, Ю. А. Токарь, А. М. Усенко, В. А. Михеев, *ФНТ* **21**, 717 (1995).

Nuclear demagnetization refrigerator with automatic control, pick up and data process system

A. A. Golub, V. A. Goncharov, V. R. Litvinov, V. A. Mikheev, E. Ya. Rudavskii, Yu. A. Tokar', A. M. Usenko, and V. A. Shvarts

A nuclear demagnetization refrigerator for various physical research at ultralow temperatures with automatic control, pick up and data process system is developed. The design of the main units and performance of the refrigerator and automatic system are described. The possibilities of the set-up operation in various regimes are analyzed for the case of NMR investigation of helium quantum crystals.