

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА



21/3-77
13 - 10257

Б-825

1033 / 2-77

Н.С.Борисов, Э.И.Бунятова, Ю.Ф.Киселев,
В.Н.Матафонов, Б.С.Неганов, Ю.А.Усов

ПРОТОННАЯ ПОЛЯРИЗОВАННАЯ
"ЗАМОРОЖЕННАЯ" МИШЕНЬ

Часть II. Измерительная аппаратура
и физические параметры

1976

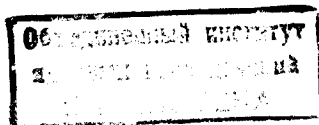
13 - 10257

Н.С.Борисов, Э.И.Бунятова, Ю.Ф.Киселев,
В.Н.Матафонов, Б.С.Неганов, Ю.А.Усов

**ПРОТОННАЯ ПОЛЯРИЗОВАННАЯ
"ЗАМОРОЖЕННАЯ" МИШЕНЬ**

**Часть II. Измерительная аппаратура
и физические параметры**

Направлено в ПТЭ



Борисов Н.С. и др.

13 - 10257

Протонная поляризованная "замороженная" мишень.
Часть II. Измерительная аппаратура и физические
параметры

Описана поляризованная "замороженная" мишень, в которой динамическим методом достигается максимальная поляризация протонов $P_{\pm} = 98 \pm \pm 2\%$ в пропандиоле, содержащем Cg^V , при температуре 0,3 К и поле 26,9 кГс. Достигнутая высокая поляризация может быть сохранена ("заморожена") в более слабом (10 кГс) магнитном поле при температуре 0,035 К.

Описывается аппаратура для измерения сверхнизких температур и ядерной поляризации мишени. Предложена методика приготовления образца. Приводятся физические параметры протонной поляризованной "замороженной" мишени и основные эксплуатационные характеристики установки.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований
Дубна 1976

В первой части настоящей публикации /1/ были рассмотрены общие принципы работы протонной поляризованной "замороженной" мишени, дано описание ее конструктивного исполнения.

Вторая часть содержит описание аппаратуры для измерения сверхнизких температур и ядерной поляризации, а также описание методики приготовления образца. Приводятся физические параметры протонной поляризованной "замороженной" мишени и основные эксплуатационные характеристики установки.

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ АППАРАТУРА "ЗАМОРОЖЕННОЙ" ПОЛЯРИЗОВАННОЙ МИШЕНИ

На рис. 1 изображена блок-схема измерительной аппаратуры поляризованной мишени, состоящей из СВЧ-системы для накачки поляризации, блока питания сверхпроводящего соленоида, аппаратуры для измерения сверхнизких температур и Q-метра для измерения ядерной поляризации. Ниже кратко описаны отличительные особенности этой аппаратуры от обычно используемой в поляризованных мишенях. Для более подробного ознакомления приведены ссылки на оригинальные работы.

СВЧ-тракт мишени

Для накачки поляризации использовался СВЧ-генератор типа ОВ-13, специально отобранный из серии

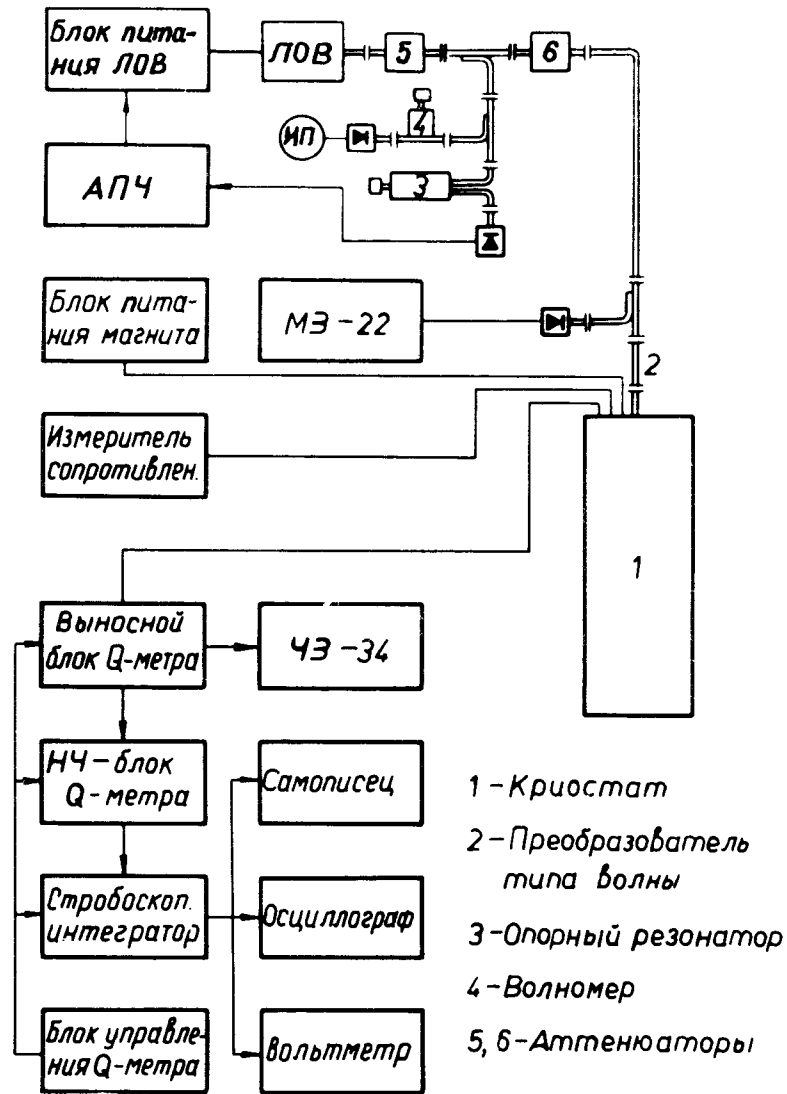


Рис. 1

приборов по наибольшей мощности. Выходная мощность $70 \div 100$ мВт в диапазоне электронной перестройки частоты $74,5 \pm 0,5$ ГГц. Стабилизация и сдвиг частоты генератора осуществлялись с помощью системы автоподстройки частоты /АПЧ, рис. 1/ по опорному высокодобротному резонатору $/Q = 3 \cdot 10^5 /$. Для грубого измерения абсолютной частоты с точностью 10^{-3} применялся также стандартный СВЧ-волномер. Измерение СВЧ-мощности осуществлялось с помощью моста МЗ-22 с термисторным датчиком М5-50.

Измерение сверхнизких температур

Для дистанционного измерения сверхнизких температур был специально разработан импульсный омметр^{/2/}. Основное отличие его от применяемых обычно мостов переменного тока заключается в том, что показания этого прибора не зависят от паразитных емкостей и индуктивностей, подключенных к термометру сопротивления. Это обстоятельство позволило использовать реактивные фильтры для исключения перегрева термометра от наводок при включенном ускорителе. Характерная мощность, подводимая к сопротивлению при измерении, не превышает 10^{-12} Вт при $R = 10$ кОм. В некоторых случаях для сравнения применялся также мост переменного тока Cryo-Bridge S-72 /ЧССР/.

Аппаратура для измерения высокой ядерной поляризации

Для измерения поляризации в данной работе применен Q-метр^{/3/} с жесткой фазовой автоподстройкой резонансной частоты приемного последовательного колебательного контура^{/4/}. Схема автоподстройки работает непосредственно на рабочей частоте Q-метра, равной $114,5$ МГц. Опорным напряжением схемы автоподстройки служит ВЧ-напряжение генератора Q-метра. Существенно новым в данном приборе является то, что

фаза этого напряжения при записи неусиленного сигнала ЯМР в тепловом равновесии подстраивается специальной схемой автоподстройки таким образом, чтобы устранить изменение фона /базовой линии/ в низкочастотном тракте Q-метра. Эта дополнительная автоподстройка фазы позволяет записывать интегральную интенсивность неусиленного сигнала с точностью не хуже 1%. Выделение сигнала ЯМР из шума, а также запись интегральной интенсивности сигналов осуществляется стробоскопическим интегратором. Как показано в работе /4/, поправка к коэффициенту усиления поляризации на нелинейность Q-метра δ_E при поляризации ядер, близкой к 100%, меньше 1,5%. Для точного определения зависимости δ_E от глубины модуляции ВЧ-напряжения сигналом ЯМР был осуществлен расчет на ЭВМ приемного контура с коаксиальным кабелем без упрощающих предположений. Этот расчет показывает, что при глубине модуляции от 0 до 25% поправка δ_E линейно возрастает от 0 до +0,8% для сигнала положительной поляризации и от 0 до -1,1% для отрицательной поляризации. При расчете было использовано предложенное в работе /5/ аналитическое выражение для формы линии ЯМР.

$$\chi''(\omega) = \frac{1,035 \chi_0 \omega_0}{\Delta\omega} \left[1 + 4 \left(\frac{|\omega - \omega_0|}{\Delta\omega} \right)^{2,54} \right]^{-1}, \quad /1/$$

где χ_0 - статическая ядерная восприимчивость, $\omega_0 = 2\pi \cdot 114,5 \cdot 10^6 \text{ с}^{-1}$ - рабочая частота Q-метра, параметр $\Delta\omega = 2\pi \cdot 5,58 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$ определялся из эксперимента, индуктивность приемной катушки выбрана 0,135 мкГн, длина коаксиального кабеля $l = \lambda_B = 1,88 \text{ м}$, его постоянная затухания $\beta = 0,012 \text{ Нп/м}$, $\sqrt{\epsilon} = 1,42$. При сопротивлении потерь контура $R = 10 \text{ Ом}$ измеренное значение фактора автоподстройки S оказалось равным 3. Фактор автоподстройки определяется по степени подавления "дуги" при включении схемы автоподстройки. Более детальное изложение методики введения погрешности описано в работе /3/.

На рис. 2 показан сигнал ЯМР в тепловом равновесии при температуре 0,54 К. Обычно калибровка Q-метра

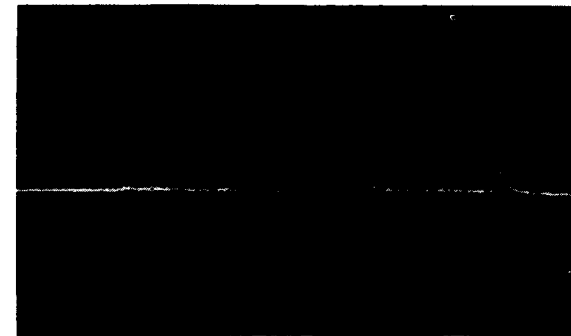


Рис. 2. Сигнал ЯМР в тепловом равновесии при $T=0,54 \text{ К}$.

осуществляется при более высокой температуре: $1,2 \text{ К} \pm 1,5 \text{ К}$.

Для оценки искажений усиленного сигнала ЯМР на рис.3 приведен сигнал 80%-ной поляризации на прямоугольном пьедестале. При записи сигналов диапазон развертки выбирался равным 400 кГц, скорость развертки - 200 кГц/мс. На рис. 4 показаны сигналы χ' и χ'' .

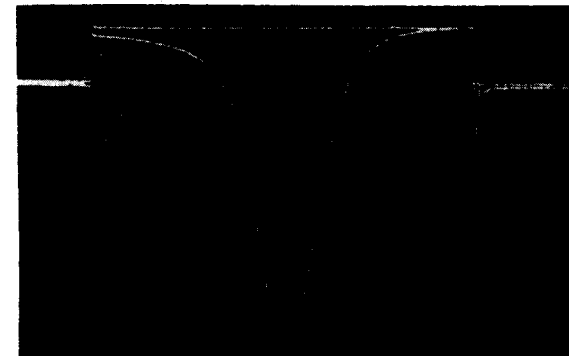


Рис. 3. Усиленный сигнал /р-80%/ на прямоугольном пьедестале.

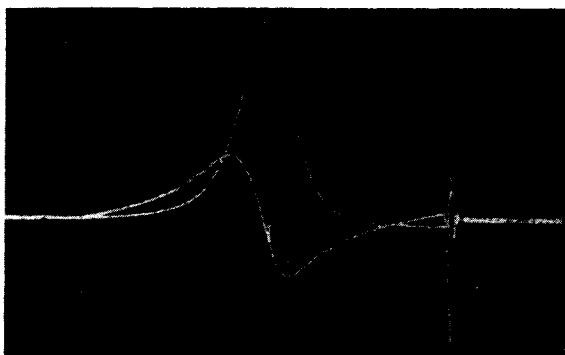


Рис. 4. Усиленные сигналы χ' и χ'' .

ФИЗИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ “ЗАМОРОЖЕННОЙ” МИШЕНИ

Экспериментальные результаты, приведенные ниже, получены при эксплуатации “замороженной” протонной мишени в рабочих условиях синхроциклотрона ЛЯП. Рабочий объем мишени - 15 см^3 , коэффициент заполнения резонатора образцом - 0,6, средний диаметр шариков - 2,0 мм. Эффективная площадь шариков - 180 см^2 . Концентрация парамагнитных примесей, при которой получена максимальная поляризация $P_{\pm} = 98 \pm 2\%$, составляет $\sim 1,8 \cdot 10^{20} \text{ спин/см}^3$, $H_0 = 26,9 \text{ кГц}$. Расстояние между максимумами коэффициента усиления $\Delta H = 100 \text{ Гс}$. График, характеризующий скорость накачки P_+ и P_- , приведен на рис. 5. Кривая 2 соответствует оптимальной скорости накачки поляризации обоих знаков при мощностях $W_+ = 0,8 \text{ мВт/см}^3$ и $W_- = 0,44 \text{ мВт/см}^3$. Таким образом, мощность, требуемая для накачки P_- , приблизительно в 1,8 раза меньше, чем для накачки P_+ , что находится в соответствии с ^{6/}. График 1 отражает разрушение поляризации СВЧ-полем с частотой, соответствующей максимуму коэффициента усиления поляризации противоположного знака. Время разрушения поляризации составляет 12 мин.

При мощности $W_+ = 0,4 \text{ мВт/см}^3$ время накачки положительной поляризации возрастает в соответствии с графиком 3 /рис. 5/. Зависимость поляризации от времени накачки аналогична полученной для LMN ^{14/}, т.е.

$$\frac{P_M - P(t)}{P_M} = \exp\left(-\frac{t}{\tau_H}\right), \quad /2/$$

где τ_H - время накачки. $P_M = 98 \pm 2\%$ - максимальное значение поляризации. Для увеличения поляризации свыше 85% /график 2, рис. 5/ требовалось снижение уровня СВЧ-мощности.

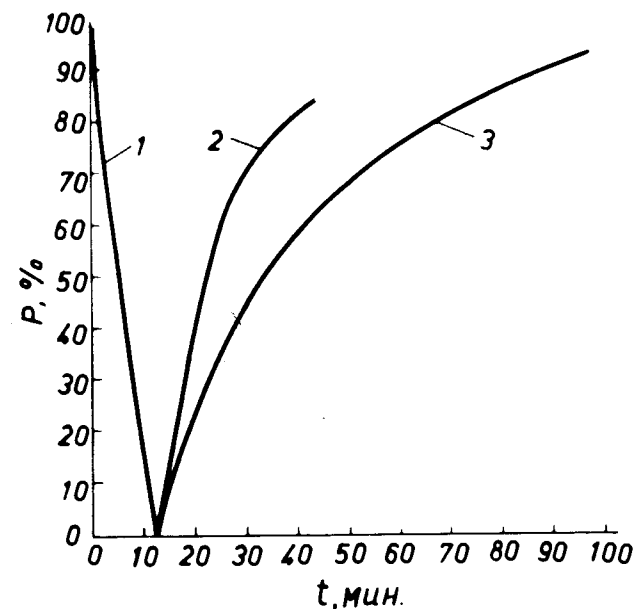


Рис. 5

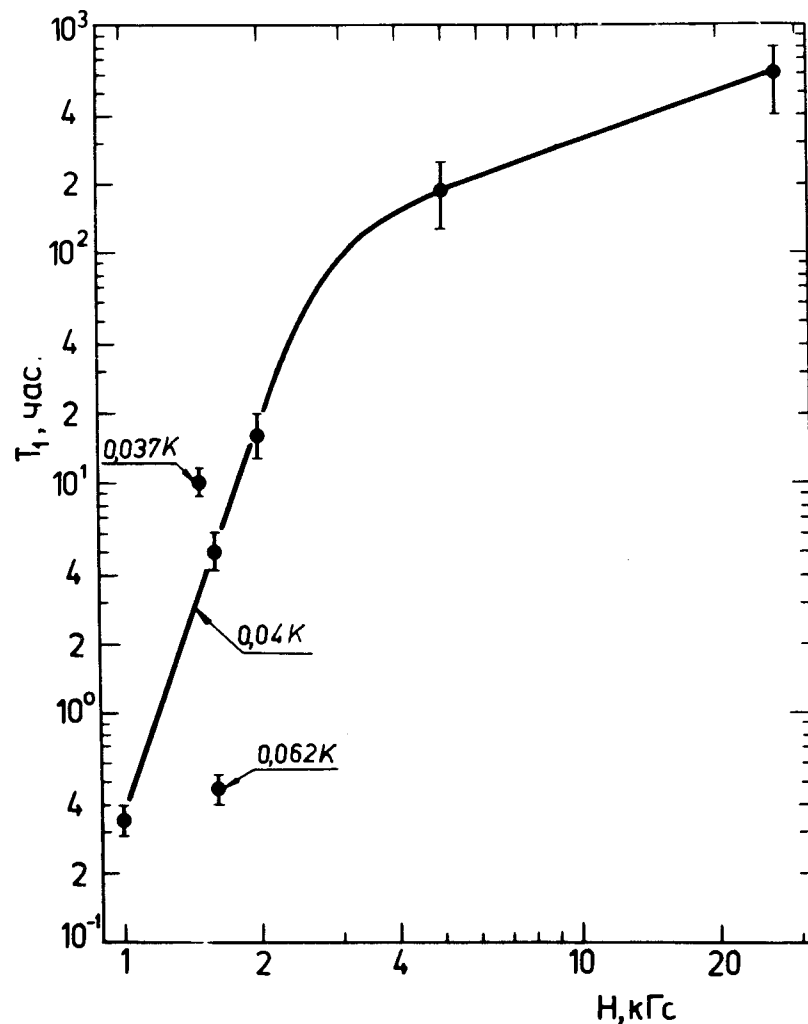


Рис. 6. Зависимость времени ядерной релаксации от поля H_0 .

На рис. 6 показана зависимость времени ядерной релаксации при температуре 40 мК от поля H_0 . Качественно ход релаксации согласуется с ^{6/}, однако имеется количественное расхождение в сторону уменьшения T_1 в 2÷3 раза. Такое расхождение возможно, если учесть,

что T_1 существенно ^{7/} зависит от способа приготовления мишени и испытывает резкую зависимость от концентрации $T_1 \sim N_\ell^{-3}$, где N_ℓ - концентрация парамагнитных центров/. В нашем случае это дает уменьшение расхождения в 1,5÷2 раза. Другой причиной уменьшения T_1 в нашем случае может быть радиационное облучение мишени в процессе измерения T_1 . В области температур ниже 50 мК было обнаружено различие во временах релаксации положительной и отрицательной поляризации. Время $T_1^+ > T_1^-$, что связано, по-видимому, с перегревом диполь-дипольного резервуара электронных спинов ^{8/} и замедлением вследствие этого релаксации положительной поляризации.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦА

В качестве образца использовался комплекс Cr^V , который образуется в пропандиоле-1,2 путем восстановления Cr^{VI} ^{10-14/}. Исходным соединением является $K_2Cr_2O_7$ марки "Хч". Перед использованием $K_2Cr_2O_7$ измельчался в пудру и высушивался в течение 2 ч при 120°C. Пропандиол-1,2 марки "ч" перед использованием перегонялся. Образцы пропандиола-1,2 с различной концентрацией Cr^V готовились следующим образом: смесь 60 мл пропандиола-1,2 и $K_2Cr_2O_7$ /в отношении по весу 24:1/ перемешивалась магнитной мешалкой в течение 180 мин при постоянной температуре 65°C и давлении 10-15 мм рт.ст. Колба, в которой проходила реакция, была соединена с возвратным холодильником, охлаждаемым водопроводной водой. Реакционная колба защищалась от воздействия света. Через 180 мин получалось рабочее вещество мишени с концентрацией $1,5 \cdot 10^{20}$ спин/см³. Затем раствор быстро концентрировался до желаемой концентрации путем уменьшения давления до 1 мм рт.ст. в течение 10-15 мин. Методика приготовления образца отличалась от использованной в ^{14/} следующим:

- 1/ увеличено время реакции вдвое, с 90 до 180 мин;
- 2/ не производилась отгонка пропандиола во время реакции; концентрирование осуществлялось лишь на конечной стадии реакции, по истечении 180 мин;

3/ уменьшено весовое отношение компонентов реакции с /15:1/ до /24:1/.

Для оценки концентрации Cr^{V} в приготовленных таким способом образцах использовалась зависимость полуширины линии ЭПР от концентрации Cr^{V} , приведенная в работе /14/. Для отработки методики приготовления образцов использовалась специальная установка /9/ со сменными образцами для измерения времени релаксации, времени накачки и коэффициента усиления поляризации при $T = 1 \text{ K}$.

Поляризация $98 \pm 2\%$ была достигнута в образце с концентрацией $1,8 \cdot 10^{20} \text{ спин/см}^3$, оцененной по ширине линии ЭПР. Присутствия Cr^{III} в рабочих образцах не было замечено при использовании спектрометра ЭПР с чувствительностью $10^{11} \text{ спин/см}^3$ *.

ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ УСТАНОВКИ

На рис. 7 приведена фотография действующей протонной поляризованной "замороженной" мишени. Запуск установки начинается с заливки жидкого азота в азотную ванну и принудительного охлаждения, а также заливки азота в гелиевые емкости сверхпроводящего магнита. С учетом всех подготовительных операций, азотное охлаждение установки длится около трех часов. Узлы ступени растворения охлаждаются с помощью теплообменного газа /гелия/. Штанга мишени вводится в конце азотного охлаждения с помощью съемного шлюзового устройства, которое позволяет изолировать нижнюю охлажденную часть штанги и шарики замороженного пропандиола от внешней атмосферы на всех этапах загрузки вещества в установку. После заливки в магнит азота производится его откачка до давления $0,15 \text{ атм}$, а затем

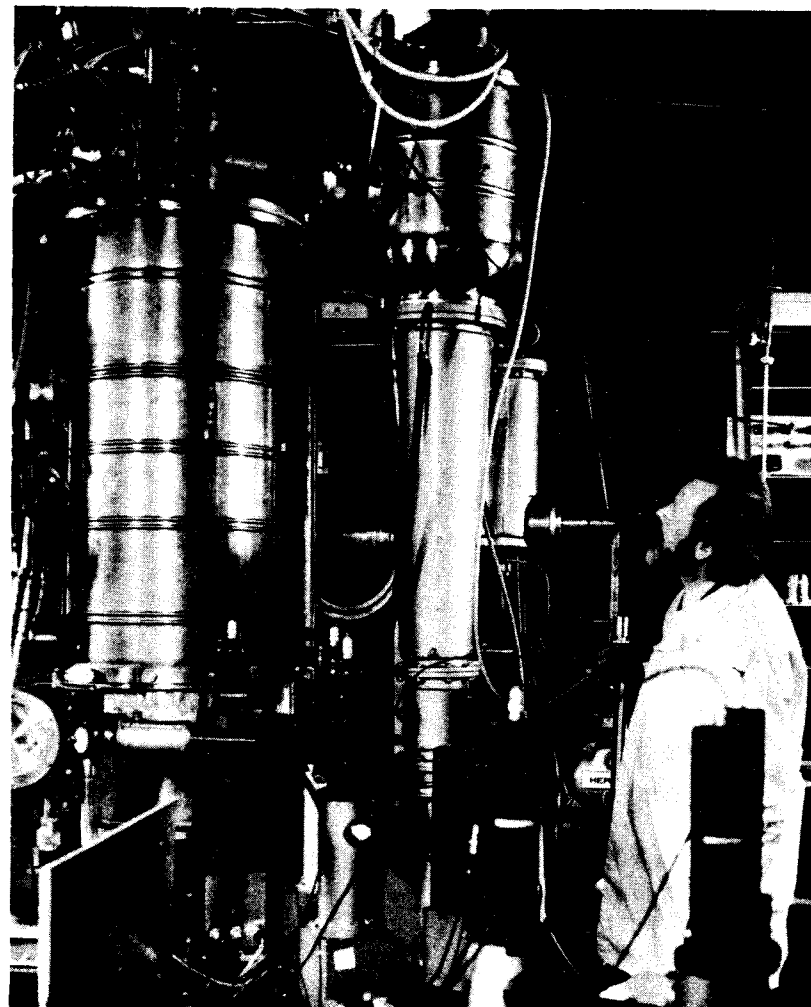


Рис. 7. Общий вид установки.

*Измерения производились в Казанском физико-техническом институте КФАН СССР С.А.Лучкиной и Г.Г.Боровиковым.

принудительное опорожнение гелиевых емкостей от жидкого азота.

Гелиевое охлаждение сверхпроводящего магнита и ступени растворения проводится в течение 4,5 ч. Для того чтобы угольная ловушка ступени растворения 37 /рис. 8/ преждевременно не адсорбировала обменный газ, в конце гелиевого охлаждения ее подогревают нагревателем H_2 мощностью 0,3 Вт. Таким образом удается охладить узлы ступени растворения до $T=10$ К. После выключения нагревателя ловушка быстро адсорбирует теплообменный газ, обеспечивая хорошую вакуумную изоляцию. После того как уровень жидкого гелия достигает открытого конца линии питания ванны-конденсатора, включается насос, откачивающий ее. Ванна-конденсатор заполняется в течение ~5 мин.

Конденсация газовой смеси ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ в количестве 225 л с концентрацией ${}^3\text{He}$ 30% производится в течение 30 мин. В это же время в сверхпроводящий магнит вводится ток. После установления теплового равновесия в камере растворения на уровне 1,5 К калибруется сигнал ЯМР от протонов вещества мишени. Запуск рефрижератора растворения осуществляется путем последовательного включения насосов механического ВН-1МГ, ротационного WS-250 и БН-2000. После охлаждения ванны испарения и достижения низкого давления в тракте откачки ${}^3\text{He}$ включается нагреватель ванны испарения H_3 /рис. 8/, поддерживающий высокую циркуляцию ${}^3\text{He}$ в рефрижераторе. Время, за которое рефрижератор достигает рабочего состояния, составляет 30-40 мин.

После завершения динамической поляризации мишень "замораживают", т.е. быстро охлаждают до сверхнизких температур. Скорость охлаждения такова, что температура раствора с момента выключения СВЧ понижается до 0,15 К за 2 мин; в дальнейшем в течение 15 мин достигается температура 0,05 К. Полное время охлаждения до предельной температуры 0,035 К составляет 20-25 мин. По мере охлаждения камеры растворения скорость циркуляции постепенно уменьшают путем изменения тока нагревателя ванны испарения. Никакого разрушения поляризации во время процедуры "замораживания" замечено не было.

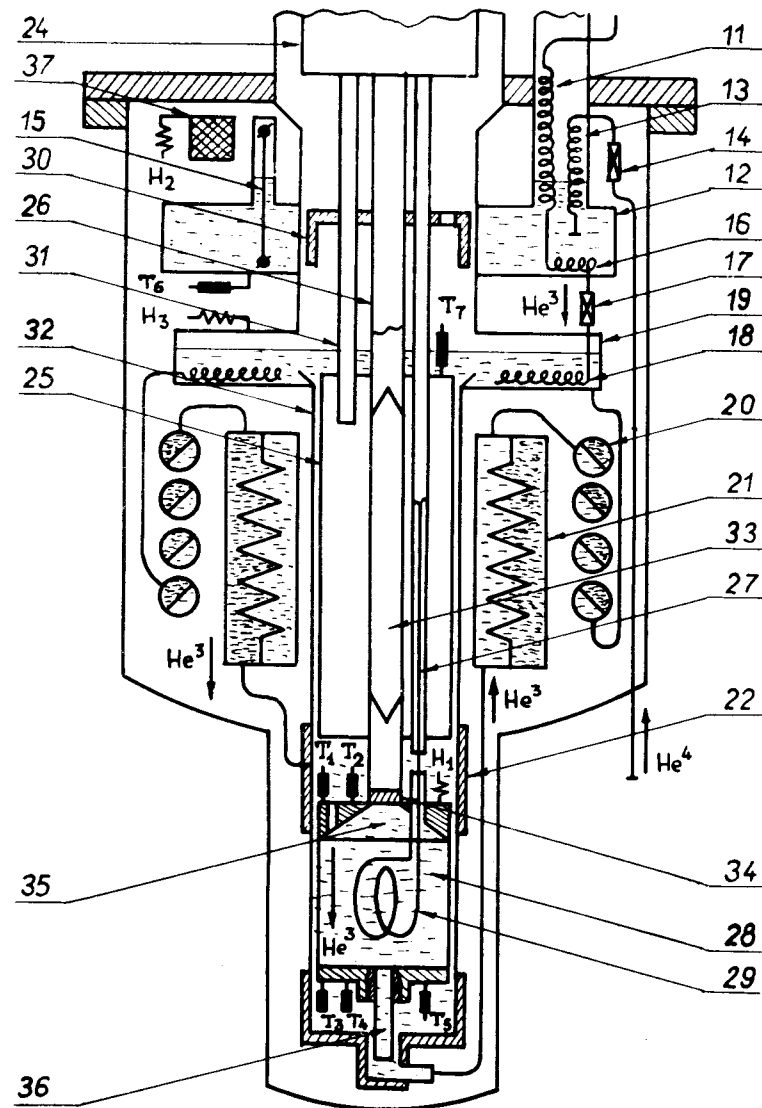


Рис. 8. Схема ступени растворения.

Скорость испарения жидкого гелия в нашем варианте в основном определяется конструкцией криостата и тоководов сверхпроводящего магнита. Рефрижератор растворения потребляет жидкий гелий достаточно экономно во всех режимах работы. Полное потребление гелия установкой составляет 0,7 л/ч в "замороженном" режиме и 1,1 л/ч в режиме динамической поляризации. Так как полезный объем жидкого гелия 12 л, то в среднем подливка жидкого гелия осуществляется через каждые 16 ч. Эта операция обычно занимает 15-20 мин и производится без нарушения режима установки.

Управление большинством операций на установке во время запуска и во время экспозиции мишени осуществляется дистанционно, т.е. при включенном ускорителе, что значительно увеличивает время использования мишени в эксперименте.

В конце эксперимента штанга мишени вынимается из установки и вместо нее в камеру растворения вводится эквивалент мишени. Нижняя часть штанги мишени вместе с веществом помещается в специальный холодильник в инертную атмосферу и при температуре, близкой к азотной, сохраняется до следующего эксперимента.

Авторы благодарят сотрудников сектора сверхнизких температур ЛЯП А.О.Орлова, О.Н.Щевелева, И.З.Крахтинова и сотрудников ЭММ ЛЯП Н.А.Петухова, П.А.Шлифертова за качественное изготовление сложных деталей установки. Авторы признательны также ст. инженеру КБ ЛЯП В.В.Куликову за разработку большей части узлов мишени и инженеру сектора №4 ОФВЭ В.Н.Трофимову за помощь в проведении экспериментов.

В заключение авторы считают своим приятным долгом выразить признательность члену-корреспонденту АН СССР В.П.Джелепову и проф. Ю.М.Казаринову за большую помощь и постоянное внимание к работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Н.С.Борисов и др. ОИЯИ, 13-10253, Дубна, 1976.
2. Ю.Ф.Киселев, Ю.П.Прокофьев. ОИЯИ, P13-9375, Дубна, 1975.
3. Ю.Ф.Киселев, В.Н.Матафонов. ОИЯИ, P13-10101, Дубна, 1976.
4. V. Petricek. Nucl. Instr. and Meth., 58, 111 /1968/.
5. J.J.Hill, D.A.Hill. Nucl. Instr. and Meth., 116, 269 /1974/.
6. W. de Boer, T.O.Niinikoski. Nucl. Instr. and Meth., 114, 495 /1974/.
7. В.А.Ацаркин и др. ФТТ, 15, 843 /1973/.
8. И.И.Валеев, Ф.Л.Аухадеев, В.А.Скробнев. ЖЭТФ, 67, 200 /1974/.
9. Н.С.Борисов, Ю.Ф.Киселев, В.Н.Матафонов. ОИЯИ, 13-9391, Дубна, 1975.
10. Н.С.Гарифьянов, Б.М.Козырев, В.Н.Федотов. ДАН СССР, 178, 808 /1968/.
11. H.Glättli et al. Phys.Lett., 29A, 5 /1969/.
12. A.Masaike et al. Phys.Lett., 30A, 63 /1969/.
13. H.Glättli. Proc. 2-nd Intern. Conf. on Polarized Targets, Berkeley /1971/.
14. W. de Boer. Dynamic Orientation of Nuclei at Low Temperatures. CERN 74-11, Geneva, May 13 /1974/.

Рукопись поступила в издательский отдел
29 ноября 1976 года.