

сообщения  
объединенного  
института  
ядерных  
исследований  
дубна

P1-85-292

Н.С.Борисов, Э.И.Бунятова, М.Ю.Либург,  
В.Н.Матафонов, А.Б.Неганов, Ю.А.Усов

ДЕЙТРОННАЯ  
ПОЛЯРИЗОВАННАЯ ЗАМОРОЖЕННАЯ МИШЕНЬ  
ОБЪЕМОМ  $60 \text{ см}^3$

1985

В поляризованных мишенях замороженного типа поляризация ядер, достигнутая динамическим методом <sup>17/</sup>, сохраняется неизменной в течение длительного времени в магнитном поле с индукцией  $B \leq 0,5$  Т. Низкие требования к величине и однородности удерживающего магнитного поля существенно расширяют экспериментальные возможности.

Создание установок такого типа стало возможным только с использованием рефрижераторов растворения <sup>3</sup>He в <sup>4</sup>He, позволяющих охлаждать вещество мишени до сверхнизких температур. С другой стороны, применение веществ с оптимальной концентрацией парамагнитных центров /необходимых для динамической поляризации/ позволяет обеспечить достаточно большое время спин-решеточной релаксации.

Протонная поляризованная замороженная мишень объемом 60 см<sup>3</sup> создана в Лаборатории ядерных проблем в 1978 г. <sup>17/</sup> и успешно используется на пучке  $\pi^-$ -мезонов для измерения поляризации в реакции перезарядки <sup>10/</sup>.

Создание дейтронного варианта такой мишени потребовало существенных усовершенствований установки в части улучшения параметров рефрижератора, тщательного подбора веществ и разработки новой аппаратуры для измерения степени поляризации. По завершении цикла экспериментальных исследований и методических разработок создана дейтронная поляризованная замороженная мишень объемом 60 см<sup>3</sup>.

В настоящее время мы не располагаем сведениями о создании дейтронной замороженной мишени в других лабораториях, хотя работы в этом направлении продолжаются <sup>18,19/</sup>.

## 1. ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Основная часть установки /рис. 1/ - горизонтальный рефрижератор растворения <sup>3</sup>He в <sup>4</sup>He, обеспечивающий охлаждение вещества мишени при динамической поляризации и в "замороженном" режиме. Та часть криостата, где находится вещество мишени, размещена в зазоре стального электромагнита с подвижными полюсами. В режиме динамической поляризации ядер полюса магнита сводятся до положения, в котором магнитопровод замкнут. При этом индукция магнитного поля достигает значения 2,08 Т с однородностью не хуже  $2 \cdot 10^{-4}$ . В режиме динамической поляризации в веществе выделяется тепловая мощность /до 100 мВт/, связанная с рассеянием энергии СВЧ-поля. Это тепло поглощается рефрижератором



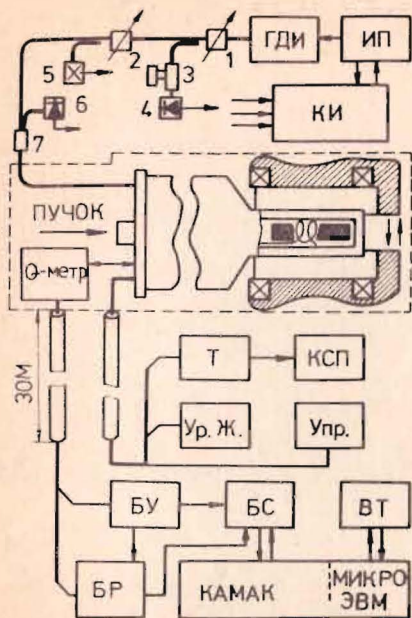


Рис.1. Функциональная схема установки /пояснения в тексте/.

растворения  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ , работающим в режиме максимальной холодопроизводительности. После того, как достигнута высокая поляризация ядер, СВЧ-облучение прекращается, и рефрижератор переводится в "замороженный" режим. Одновременно с этим раздвигаются полюса магнита, в результате чего значение индукции магнитного поля уменьшается до 0,4 Т. Снижение уровня подводимой тепловой мощности позволяет охладить вещество мишени в течение 15 мин до температуры 20 мК, при которой поляризация спинов замораживается.

Устройство криостата /рис.2/ ДПЗМ подробно описано в работе [1].

Системы циркуляции  $^3\text{He}$  и откачки  $^4\text{He}$  показаны на рис.3. Скорость откачки системы  $^3\text{He}$  - 500 л/с при работе с насосом WS-2000 и 2000 л/с - при работе с насосом БН-2000, что обеспечивает циркуляцию  $^3\text{He}$   $2-3 \cdot 10^{-2}$  моль/с и  $2 \cdot 10^{-3}$  моль/с соответственно. Скорость откачки системы  $^4\text{He}$  составляет 125 л/с.

Криостат вместе с насосной группой и пультом вакуумных испытаний расположен в пучковом канале. Органы контроля и управления криогенной частью установки вынесены за пределы канала на расстояние 30 м и собраны в дистанционном пульте /рис.3/. Газовая система дистанционного пульта позволяет осуществлять все необходимые операции со смесью  $^3\text{He}$  и  $^4\text{He}$ , а также производить периодическую подливку жидкого гелия в криостат. Для контроля давления в различных частях установки на пульт выведены показания первичных датчиков. Индикаторы и пускатели, расположенные на передней панели, позволяют управлять работой насосов. В блок управления рефрижератором растворения /блок УПР рис.1/ входит также прибор питания нагревателей рефрижератора. Комбинированная ловушка /9/ /рис.3/, охлаждаемая жидким азотом, служит для очистки  $^3\text{He}$  от паров масла и продуктов его разложения и, кроме того - от небольшого количества воздуха, который попадает в поток  $^3\text{He}$  в основном через резиновые шланги. Для непрерывного измерения температуры в характерных точках рефрижератора растворения используется специально разработанный многоканальный автоматический омметр переменного тока  $^{14}/T$ , рис.1/. Прибор позволяет последовательно измерять

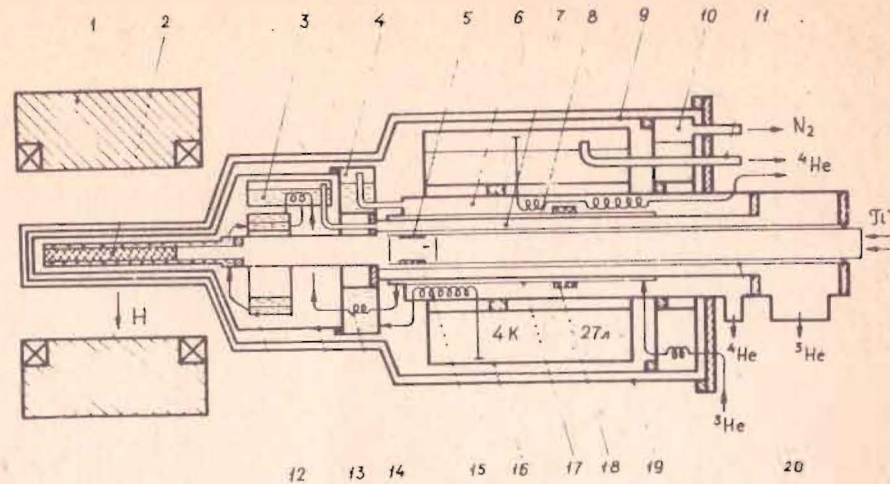


Рис.2. Схема криостата. 1 - электромагнит, 2 - вещество мишени, 3 - ванна испарения  $^3\text{He}$ , 4 - 1 К бак, 5 - теплоизолирующая пробка, 6 - канал откачки  $^4\text{He}$ , 7 - канал откачки  $^3\text{He}$ , 8, 11 - трубки вывода  $^4\text{He}$ , 9 - герметичный 77К экран, 10 - азотный бак, 12 - блок низкотемпературных теплообменников, 13 - герметичный 1К экран, 14 - конденсатор  $^3\text{He}$ , 15 - змеевик охлаждения  $^4\text{He}$ , 16 - бак 4К гелия, 17 - канал охлаждения  $^3\text{He}$ , 18 - угольный насос, 19 - вакуумный кожух, 20 - канал ввода мишени и пучка.

сопротивление шести любых заданных термометров с записью результата на ленту многоканального самописца /КСП/ с одновременным выводом показаний на цифровой дисплей. Термометры позволяют регистрировать любые изменения тепловой нагрузки, связанные, например, с резкими колебаниями магнитного поля, с изменениями интенсивности пучка частиц и т.д.

Количество жидкого азота и гелия в криостате определяется при помощи датчиков уровня в блоке Ур.Ж. /рис.1/.

Таким образом, ДПЗМ контролируется и управляется во время длительных экспозиций /- 2 сут/ без остановки набора статистики.

В нижней части функциональной схемы показана аппаратура для выделения спектров ядерного магнитного резонанса и измерения поляризации.

Все электрические коммуникации проведены кабелями и проводами в медных экранах и уложены в стальные трубы, что позволило в значительной мере избавиться от помех, наводок и паразитных связей.



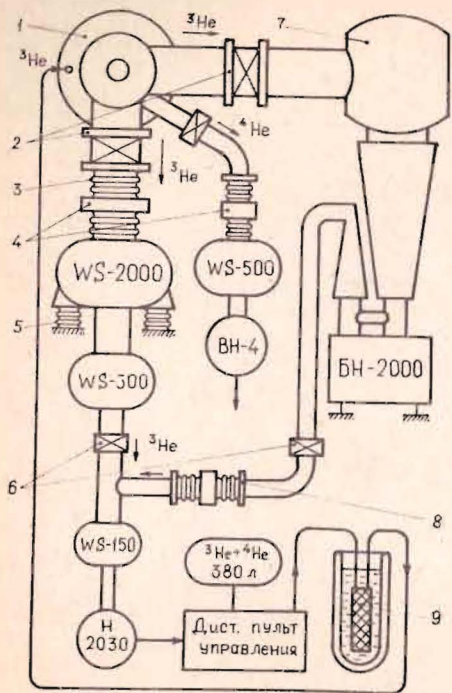


Рис.3. Система циркуляции  $^3\text{He}$ .  
1 - криостат ДПЗМ, 2 - клапан  $\varnothing$  200 мм, 3,8 - резиновый амортизатор, 4 - промежуточный груз, 5 - пневматическая подвеска насосов, 6 - клапан  $\varnothing$  80 мм, 7 - паромасляная ловушка, 9 - комбинированная охлаждаемая ловушка.

## 2. РЕФРИЖЕРАТОР РАСТВОРЕНИЯ $^3\text{He}$ в $^4\text{He}$

Параметры рефрижератора растворения оказывают решающее влияние на основные характеристики замороженной поляризованной мишени. Описание одного из первоначальных вариантов дано в работе <sup>1/1</sup>. В настоящей работе в устройство ступени растворения внесены ряд серьезных изменений, обусловленных необходимостью увеличить мощность охлаждения и обеспечить более низкую температуру в режиме динамической поляризации /ДПЯ/. Модификация ступени растворения позволила нам на основе базовой мишени установки "ПРО-3А" <sup>1/2</sup> разработать дейтериевый вариант замороженной поляризованной мишени. Краткое описание модифицированной ступени растворения приводится ниже.

Принципиальная схема низкотемпературной части рефрижератора изображена на рис.4. Газообразный  $^3\text{He}$ , охлажденный до температуры ниже 4К, поступает в конденсатор 22, изготовленный из спеченного медного порошка. Конденсатор помещен в откачиваемую ванну 13 объемом 0,8 л с жидким  $^4\text{He}$  при температуре 1,1 - 1,3 К. К ванне посредством герметичного уплотнения присоединяется тепловой экран 18. Скорость поступления жидкого  $^4\text{He}$  изменяется игольчатым вентилем 14. Давление конденсации  $^3\text{He}$  устанавливается с помощью игольчатого вентиля 24 при большой скорости потока, и постоянного дросселя 23 - при малой. Постоянный дроссель - ка-

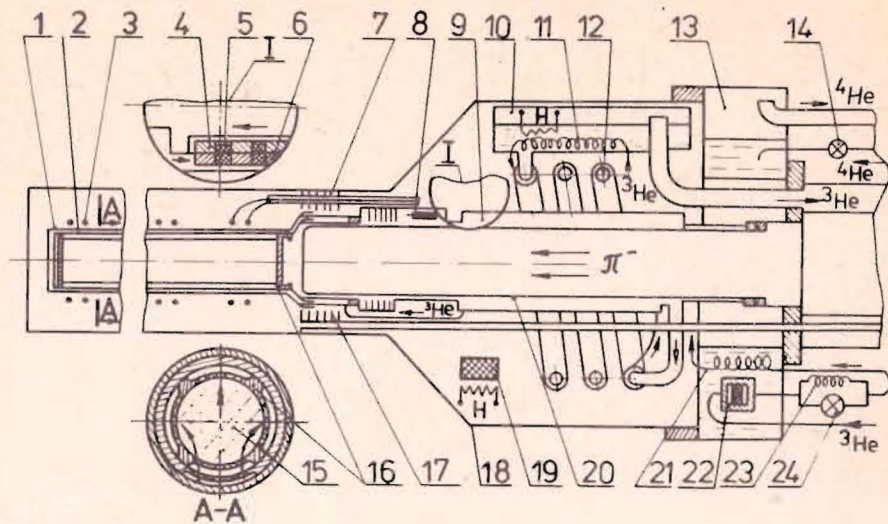


Рис.4. Принципиальная схема низкотемпературной части рефрижератора /пояснения в тексте/.

пилляр с внутренним диаметром 0,22 мм и длиной 20 см, имеет сопротивление, равное  $3 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$ .

После доохлаждения в змеевике 21 жидкий  $^3\text{He}$  входит в теплообменник 11 ванны 10 испарения  $^3\text{He}$ . Теплообменник представляет собой змеевик с площадью поверхности  $100 \text{ см}^2$ , уложенный на дне ванны испарения. Охлажденный в блоке противоточных теплообменников 9, 12  $^3\text{He}$  поступает в камеру растворения, образованную внешним корпусом 1, промежуточной оболочкой 2, являющейся расцеивателем  $^3\text{He}$ , и перфорированным контейнером 16 с рабочим веществом мишени 15. Все узлы камеры растворения выполнены из тефлона. На рис.4 показано также поперечное сечение А-А камеры растворения и элементы основного теплообменника 4,5,6 в разрезе 1. После перехода в раствор, сопровождающегося поглощением тепла,  $^3\text{He}$  под действием перепада осмотического давления переносится через возвратные каналы противоточных теплообменников в ванну испарения и дистиллируется из раствора посредством откачки.

Полая пробка 20 служит для отделения камеры растворения от канала пучка частиц, который используется также для загрузки контейнера с рабочим веществом. Кроме того, пробка вместе с теплообменником образует возвратный канал  $^3\text{He}$ . Загрузка контейнера производится с помощью штанги, а герметизация пробки - специальным ключом. Способ загрузки существенно отличается от первоначального варианта, подобного тому, который впервые был применен в замороженной мишени для средних энергий <sup>3/3</sup>. Операции по за-



грузке контейнера и герметизации пробки производятся при температуре жидкого азота в атмосфере  $^4\text{He}$ .

Температура раствора на выходе камеры растворения измеряется с помощью угольных термометров сопротивления 3/Speer 10, 100, 200/, размещенных в измерительной ячейке, защищенной СВЧ-дрозелем и мелкой металлической сеткой.

Охлаждение узлов ступени растворения от комнатной до гелиевой температуры осуществляется с помощью теплообменного газа, который после выполнения этой операции откачивается управляемой с помощью нагревателя адсорбционной ловушкой 19.

Важнейшими узлами ступени растворения, непосредственно влияющими на главные параметры мишени - величину поляризации и время релаксации, являются камера растворения, теплообменник и ванна испарения. Поэтому основные особенности устройства и характеристики этих узлов приводятся более подробно.

### Камера растворения

В отличие от первой замороженной мишени <sup>13/</sup> и первоначально го варианта мишени установки "ПРОЗА" <sup>1/1/</sup>,  $^3\text{He}$  вводится в камеру растворения снизу через рассеиватель - перфорированную в нижней части цилиндрическую оболочку, образующую с корпусом камеры щелевой канал для поступающего  $^3\text{He}$ . Выбор такого способа ввода  $^3\text{He}$  обусловлен тем, что эксперименты и анализ <sup>4/4/</sup> показали неприемлемость в режиме ДПЯ традиционного способа растворения "сверху-вниз" с фиксированной границей расслоения фаз. В первом варианте установки при верхнем вводе  $^3\text{He}$  температура границы из-за слабой теплопроводности и невысокой скорости откачки насосов оказалась недостаточной, чтобы возбудить необходимый поток  $^3\text{He}$ . Соответственно пропорциональная скорости растворения мощность охлаждения мишени была также невысокой. Кроме того, при старом способе распределение температуры в мишени при большой тепловой нагрузке было неоднородным, а при некоторых условиях даже наблюдалось вскипание верхней фазы с последующим срывом режима растворения.

При вводе с рассеянием  $^3\text{He}$  снизу растворение всплывающей легкой концентрированной фазы происходит равномерно по всему объему мишени. Важно также то, что в данном случае раствор оказывается неустойчивым по отношению к тепловой конвекции, которая является гораздо более мощным механизмом теплообмена, чем обычная теплопроводность. По-видимому, оба механизма, тепловая конвекция и равномерное по объему растворение действуют совместно, обеспечивая однородность температуры и оптимальный для данного варианта рефрижератора изотермический процесс растворения. Критерием законности этого утверждения служит совпадение величины измеренной мощности и значений, вычисленных для идеального изотермического процесса растворения

$$\dot{Q} = \dot{n}(T, T_{\text{ви}}, \dot{V}) \frac{x_v(T, T_{\text{ви}}) - x_p(T)}{x^* - x_p(T)} [x^* \Delta H_3 + (1 - x^*) \Delta H_4], \quad /1/$$

где  $\dot{n}(T, T_{\text{ви}}, \dot{V})$  - молярная скорость потока циркулирующей смеси, зависящая от температуры камеры растворения  $T$ , температуры ванны испарения  $T_{\text{ви}}$  и скорости откачки насосов  $\dot{V}$ ;  $x_v(T, T_{\text{ви}})$  - концентрация пара над раствором в ванне испарения;  $x_p(T)$  - равновесная концентрация нижней фазы раствора,  $x^*$  - максимальная из величин  $x_v(T, T_{\text{ви}})$  и  $x_u(T)$ , где  $x_u(T)$  - равновесная концентрация верхней фазы раствора;  $\Delta H_3, \Delta H_4$  - парциальная молярная теплота перехода  $^3\text{He}$  и  $^4\text{He}$  из верхней фазы в разбавленный раствор, определяемая следующими соотношениями:

$$\Delta H_3 = H_3(x_p(T), T) - H_3^0(T); \quad /2/$$

$$\Delta H_4 = \mu_4(x_p(T), T) - \mu_4^0(T) - (E_{04} + L_{04} + \frac{R}{2} T' - H_4^0(T)). \quad /3/$$

В этих выражениях  $H_3(x_p(T), T)$  - молярная энтальпия примесного газа квазичастиц  $^3\text{He}$  в растворе;  $H_3^0(T), H_4^0(T)$  - молярные энтальпии чистых жидких  $^3\text{He}$  и  $^4\text{He}$ ,  $E_{04}$  - энергия связи  $^4\text{He}$  в верхней фазе при абсолютном нуле температур в пределе высоких концентраций  $^3\text{He}$ ;  $L_{04}$  - теплота испарения чистого  $^4\text{He}$  при абсолютном нуле температур;  $\mu_4(x_p(T), T), \mu_4^0(T)$  - химические потенциалы  $^4\text{He}$  в нижней фазе и в чистом  $^4\text{He}$  соответственно.

Соотношение /3/ основано на модели больцмановского газа примесей  $^4\text{He}$  в  $^3\text{He}$  с одной степенью свободы <sup>5/5/</sup>. Величина  $E_{04}$  определялась с использованием результатов работы <sup>6/6/</sup>. Отметим, что применение более простого соотношения для теплоты перехода <sup>7/7/</sup> в области температур выше 0,2К неправомерно, так как в нем не учитывается влияние  $^4\text{He}$  на энтальпию верхней фазы. Экспериментальные данные для теплоты перехода в равновесных условиях <sup>8/8/</sup> хорошо согласуются с /1/ при  $x^*$ , равном  $x_u(T)$ . Обычно концентрация пара  $x_v$  меньше равновесной концентрации верхней фазы  $x_u$ , что приводит к разделению поступающей смеси. Уравнение /1/ учитывает этот факт. В случае  $x_v > x_u$  в уравнении /1/ предполагается, что концентрация верхней фазы, поступающей в камеру растворения, совпадает с концентрацией пара в ванне испарения. Это справедливо, если поток диффузии  $^4\text{He}$  в концентрированную фазу незначителен по сравнению с потоком поступающей жидкой смеси. Для мощных рефрижераторов растворения это условие выполняется всегда. Пренебрежение различием температуры  $^3\text{He}$  на входе в камеру растворения и температуры раствора на выходе обосновывается расчетами <sup>1/1/</sup> и подтверждается экспериментально.

При подаче  $^3\text{He}$  снизу необходимо не допускать как избытка, так и недостатка общего количества  $^3\text{He}$ , что приводит к ухудшению режимов рефрижератора. Для облегчения подбора количества  $^3\text{He}$  корпус контейнера выполнен таким образом, что образует в верхней части вместе с рассеивателем замкнутую полость, слу-



жащую балластным объемом для небольшого количества  $^3\text{He}$ . В случае избытка  $^3\text{He}$  накапливается, а при недостатке - расходуется, так что неизбежные колебания потока  $^3\text{He}$  в значительной степени сглаживаются. Подобный прием описан в работе <sup>19/</sup>.

Основные конструктивные размеры камеры растворения: внутренний диаметр рабочего контейнера 19,6 мм, длина 200 мм; ширина зазора боковых кольцевых секторных каналов для выхода раствора - 1,5 мм; средняя толщина стенок корпуса, рассеивателя и контейнера - 0,7 мм. Успешная эксплуатация в многочисленных длительных опытах показала целесообразность выбора данной конструкции камеры растворения.

### Теплообменник

При ДПЯ и в замороженном режиме требования к теплообменнику существенно различны.

В режиме с большой мощностью охлаждения, высокой скоростью потока и сравнительно высокой для рефрижераторов растворения температуре 0,3К большая поверхность не является необходимой. В этом можно убедиться, оценивая необходимую поверхность с помощью соотношений, приведенных в работе <sup>1/</sup>; эксперимент также непосредственно подтверждает это заключение. Основное требование к теплообменнику в таком режиме - обеспечить перенос  $^3\text{He}$  по каналам со сверхтекучим раствором без больших потерь осмотического давления. Особенно важным оказывается избежать возникновения турбулентности, что определяется геометрией каналов теплообменника. Оптимальным с этой точки зрения представляется или разбиение канала с раствором на множество мелких, или использование узкого кольцевого канала большого диаметра. В нашем варианте теплообменника реализованы обе возможности: предварительная секция теплообменника типа "трубка в трубке" имеет для раствора 14 каналов, основная секция - один узкий кольцевой канал шириной 1 мм и диаметром 30 мм.

В замороженном режиме при сверхнизких температурах величина площади поверхности играет основную роль. Кроме того, слишком большое поперечное сечение каналов, необходимое для обеспечения режима ДПЯ, может существенно ухудшить характеристики теплообменника при сверхнизких температурах, так что приходится идти на известный компромисс. Критерии влияния теплопроводности изложены в работе <sup>1/</sup>. Необходимую величину площади поверхности  $A$  можно оценить по формуле:

$$\ln \frac{[bT^2 - \frac{\dot{Q}}{n}] [(b-a)(T_3^2 - T^2) - 2\frac{\dot{Q}}{n}]}{[(b-a)T^2 - \frac{\dot{Q}}{n}] [(b+a)T_3^2 - (b-a)T^2 + 2\frac{\dot{Q}}{n}]} = \frac{A[2\frac{\dot{Q}}{n} - (b-a)T^2]}{(a_3 + a_4)ab\dot{n}}, \quad /4/$$

где  $T$  - температура камеры растворения,  $T_3$  - температура  $^3\text{He}$  на теплом конце теплообменника,  $\dot{Q}$  - полная тепловая нагрузка,  $\dot{n}$  - скорость циркуляции  $^3\text{He}$ ,  $a_3, a_4$  - сопротивления Капицы для  $^3\text{He}$  и раствора,  $b = 107$  Дж/моль<sup>2</sup>,  $a = 25$  Дж/моль<sup>2</sup>. Выражение /4/ получено для идеального непрерывного теплообменника в области температур ниже 0,1 К.

Основной теплообменник представляет собой сплошную мельхиоровую тонкостенную трубку диаметром 34 мм и длиной около 500 мм с 40-кольцевыми секциями толщиной 1-2 мм и шириной около 10 мм. Секции из спеченного медного порошка диаметром 40 мкм располагаются снаружи и внутри трубки напротив друг друга, как показано на рис. 4. Разрывы между секциями шириной 2 мм заполнены кольцами из тефлона. Анализ показывает, что при таком количестве изолированных секций теплообменник должен быть близок к идеальному. Расчетная поверхность основного теплообменника равна  $4 + 0,4 \cdot 10^4$  см<sup>2</sup>.

Корпус предварительного теплообменника изготовлен из нержавеющей трубки общей длиной 400 мм и диаметром 12 мм. Внутри корпуса расположены 7 пар коаксиальных трубок диаметром 3,5 и 3 мм. Зазоры между коаксиальными трубками образуют каналы  $^3\text{He}$ , раствор заполняет внутренние трубки и каналы между внешними. Поверхность этой части теплообменника составляет около 500 см<sup>2</sup>. Эффективность работы предварительного теплообменника контролировалась термометрами, установленными на его холодном конце.

Данная конструкция теплообменника достаточно проста и отвечает всем необходимым требованиям и в режиме ДПЯ и в замороженном режиме.

### Ванна испарения

Основное назначение ванны испарения - обеспечить эффективное выделение  $^3\text{He}$  из раствора. При большой мощности нагревателя /около 1 Вт в режимах ДПЯ/ необходимо обеспечить большую поверхность нагревательного элемента и близкое расположение его к поверхности раствора, чтобы избежать нежелательного избыточного испарения  $^4\text{He}$ . Нагреватель выполнен в виде решетки, покрывающей все зеркало ванны испарения площадью 200 см<sup>2</sup>. Решетка собрана из отдельных элементов, представляющих собой медные капилляры  $\varnothing 2$  мм, покрытые сверху спеченным медным порошком с вклеенным в капилляры проводом из константана. Температура ванны испарения определялась с помощью угольного резистора, установленного непосредственно в жидкости. Никаких специальных мер против пленки сверхтекучего  $^4\text{He}$ , мигрирующей в тракт откачки, не принималось, так как скорость потока  $^3\text{He}$  достаточно высока во всех режимах рефрижератора.



## Характеристики рефрижератора

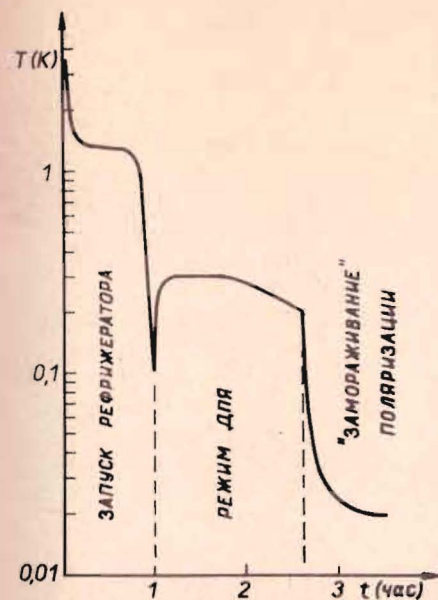
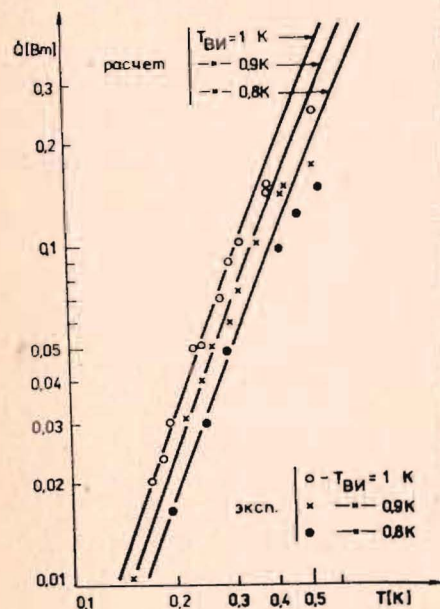
Температура в различных точках рефрижератора в области выше 0,1 К измерялась с помощью калиброванных в отдельной установке угольных термометров сопротивления /с магнитным полем и без него/. Более низкая температура определялась при измерении магнитной восприимчивости кристалла церий-магниевого нитрата - CMN /без магнитного поля/ и ЯМР-методом в рабочем магнитном поле с образцом пропандиола с коротким временем спин-решеточной релаксации.

Мощность охлаждения калибровалась специально изготовленным распределенным по объему нагревателем - тепловым эквивалентом мишени. При исследовании небольших дейтерированных образцов параллельно им устанавливался геометрически подобный тепловой эквивалент, что позволяло достаточно точно определять поглощаемую образцами СВЧ-мощность при относительно малых для нашего рефрижератора нагрузках порядка 10 мВт. Скорость циркуляции определялась с помощью датчиков давления, подключенных в различных точках системы откачки  $^3\text{He}$ , после калибровки циркуляции измерительным газгольдером. Концентрация  $^3\text{He}$  в циркулирующей газовой смеси определялась с помощью течеискателя ПТИ-7.

Зависимость поглощенной мощности от температуры камеры растворения при различных значениях температуры ванны испарения изображена на рис.5. Видно, что экспериментальные данные очень хорошо согласуются с расчетными кривыми, полученными из /1/, вплоть до температуры 0,3 К. При более высоких температурах

экспериментальные значения меньше теоретических, что можно объяснить возникновением турбулентности в возвратном канале теплообменника. Это влечет за собой падение осмотического давления в ванне испарения, вследствие чего повышается содержание  $^4\text{He}$  в циркулирующей газовой смеси. Качественно это подтверждается непосредственным измерением концентрации, которая могла уменьшаться до 50%. Однако эта область температур практически не используется, так как мощность охлаждения при 0,3 К составляет до 90 мВт, что вполне достаточно для ДПЯ мишени объемом 60 см<sup>3</sup>.

Рис.5. Мощность охлаждения рефрижератора растворения.



Для эффективности "замораживания" поляризации, полученной при ДПЯ, необходимо, чтобы время перехода в область сверхнизких температур было коротким. Временная характеристика переходного режима приведена на рис.6.

Рис.6. Временная диаграмма температурных режимов установки.

Параметры рефрижератора растворения при сверхнизких температурах характеризуются следующими данными. Предельная температура, полученная без магнитного поля, равна 14,7 мК, в магнитном поле 0,45 Т - 16 мК. При тепловой нагрузке от пучка частиц интенсивностью  $2-2,5 \cdot 10^6$  част/цикл температура раствора при циркуляции  $2 \cdot 10^{-3}$  моль/с составляла 20 мК. Эти данные в целом неплохо согласуются с /4/, если учесть неточность в значениях сопротивления Капицы, площади теплообменника и тот факт, что он не может быть строго идеальным.

## 3. РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЕЙТРОННОЙ ПОЛЯРИЗОВАННОЙ ЗАМОРОЖЕННОЙ МИШЕНИ

Приготовление рабочего образца включает две стадии: приготовление жидкой фазы и изготовление замороженных шариков.

Рабочее вещество мишени представляет собой комплексное соединение пентавалентного хрома Cr(V) в этандиоле, которое образуется путем химической реакции восстановления Cr(VI)<sup>/20,21/</sup>.

Жидкая фаза приготавливалась следующим образом: диол, 45 мл.  $(\text{CD}_2\text{OD})_2$  помещался в реакционную колбу и нагревался до 60-70 °С. По достижении этой температуры в колбу загружался  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  /в отношении по весу 11:1/. Реакционная смесь перемешивалась 60 мин, при постоянной температуре 65 °С и давлении 10-15 Тор. Более детально методика описана в работах /19,22/. Полученное вещество темно-зеленого цвета, представляющее собой комплексное соединение, исследовалось методом электронного парамагнитного резонанса /ЭПР/. На рис.7 приведен спектр ЭПР Cr(V) - комплекса в  $(\text{CD}_2\text{OD})_2$ , записанный при комнатной температуре. Ширина линии  $\Delta H = 6 \cdot 10^{-4}$  Т, g-фактор, вычисленный по положению иминоксильного радикала - 2,2,6,6 - тетраметилпиперидин - 1 - оксид, равен 1,979.



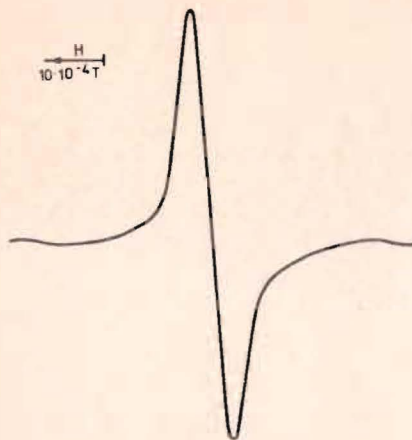


Рис. 7. Сигнал ЭПР комплекса Cr(V) в  $(\text{CD}_2\text{OD})_2$ .

Следующая операция приготовления рабочего вещества для мишени - изготовление замороженных шариков - выполняется в специальном устройстве<sup>/23/</sup>. Приготовление материала мишени в виде шариков обеспечивает развитую поверхность для наиболее эффективного охлаждения. Охлаждение капель вещества в жидком азоте необходимо также для достаточно быстрого замораживания вещества и сохранения структуры жидкой фазы<sup>/24,25/</sup>. Таким

образом, рабочая мишень состоит из 44 г замороженных шариков диаметром 2 мм и содержит 17,6% дейтерия по весу.

Комплексные соединения Cr(V) в дейтерированных диолах представляют собой в настоящее время наиболее удобное вещество замороженной дейтронной мишени для вторичных пучков, которое имеет следующие преимущества:

1. Рабочее вещество мишени имеет единственную парамагнитную примесь.
2. Вещество находится в стеклообразном состоянии, характеризуемом однородным распределением парамагнитных центров, исключая агрегацию центров.
3. Благодаря стеклообразному состоянию комплекс Cr(V) имеет практически изотропный g-фактор.
4. Основным механизмом ДПЯ в комплексах Cr(V) в диолах является динамическое охлаждение<sup>/19,26/</sup>.

Комплексные соединения Cr(V) в диолах хорошо изучены, имеют определенный состав, просты в приготовлении, что позволяет при их использовании получать воспроизводимые результаты в физическом эксперименте. В предварительных исследованиях в веществах, приготовленных вышеуказанным способом, мы получили поляризацию ядер дейтерия около 40%<sup>/26/</sup>.

#### 4. АППАРАТУРА ДИНАМИЧЕСКОЙ ПОЛЯРИЗАЦИИ И РЕГИСТРАЦИИ ЯМР СПЕКТРОВ

В верхней части функциональной схемы установки /рис. 1/ изображена аппаратура для динамической накачки. Источником

электромагнитного излучения 5 мм диапазона служит перестраиваемый генератор дифракционного излучения ГДИ-7. Требуемая стабильность частоты генератора обеспечивается стабилизацией анодного напряжения на уровне  $10^{-3}$ . Генератор связан с волноводным трактом через аттенюатор 1. СВЧ-мощность, поступающая в криостат, регулируется калиброванным аттенюатором 2 и контролируется измерителем мощности 5. Частота СВЧ-колебаний измеряется волномером 3. С помощью преобразователя 7 осуществляется переход с волновода прямоугольного сечения на волновод круглого сечения. Внутри криостата также применен цилиндрический волновод для уменьшения тепловыделения за счет затухания. Основной резонатор /рис. 4/ образован стенками хвостовой части 1К-экрана 18. Дроссель 17 преломляет излучение из резонатора. Полное затухание в волноводной линии от аттенюатора 2 /рис. 1/ до конца волновода, входящего в резонатор, составляет 6 дБ. Отраженная мощность регистрируется с помощью кристаллического детектора 6. Синхронным детектированием сигнала отраженной мощности можно выделить спектр ЭПР. Это существенно облегчает поиск частот накачки при динамической поляризации ядер дейтерия, когда регистрация равновесного сигнала ДМР практически невозможна.

Для измерения поляризации мишени применяется Q-метр с параллельным колебательным контуром<sup>/11/</sup>. Последний образован катушкой индуктивности  $L=0,24$  мкГн/, внутри которой помещено вещество мишени, и емкостью C, состоящей из емкости коаксиального кабеля, соединяющего Q-метр с измерительной катушкой, и регулируемой емкости на входе Q-метра. Электрическая длина коаксиального кабеля равна длине волны, соответствующей частоте наблюдения сигналов ядерного магнитного резонанса /ЯМР/ протонов.

Для повышения стабильности измерений применена жесткая фазовая автоподстройка частоты настройки измерительного контура /ФАП/. Уменьшая в 5 раз сдвиг фазы между током высокой частоты, поступающим на контур от генератора Q-метра, и напряжением, снимаемым с контура, схема ФАП позволяет не менее чем в 25-30 раз уменьшать влияние частотной характеристики и механических колебаний контура на величину выходного сигнала Q-метра. Центральная частота генератора Q-метра равна 13,6 МГц, девиация /развертка/ частоты, близкая к линейной, в пределах  $\pm 200$  кГц, длительность развертки - 5 мс. Последовательность сигналов с выхода Q-метра подается на калиброванный аттенюатор и усилитель, находящиеся в блоке регистрации /БР, рис. 1/, а затем на осциллограф и аналоговый вход блока сопряжения /БС/. Для контроля за процессом накачки поляризации используется стробоскопический интегратор в блоке регистрации. Поскольку интенсивность сигналов ЯМР дейтронов мала /на два порядка ниже интенсивности сигнала ЯМР, равного количества протонов в одинаковом магнитном поле/, обычный способ измерения поляризации,



закрывающийся в определении отношения интегральных интенсивностей спектров ДМР от дейтронов, поляризованных динамическим способом и находящихся в тепловом равновесии с решеткой, оказался непригодным. Поэтому была применена техника цифрового накопления и усреднения сигналов ДМР, получаемых при периодической /с периодом 20 мс/ развертке частоты генератора Q-метра, а величина поляризации определялась по изменению формы линии усредненного сигнала.

В блоке сопряжения аналоговой и цифровой частей аппаратуры сигнал при необходимости смещается в область положительных напряжений для обеспечения нормальной работы применяемого аналого-цифрового преобразователя /АЦП/<sup>12/</sup>. Блок сопряжения управляет также работой частотомера. Измерение частоты производится в интервалы времени между развертками частоты генератора Q-метра.

Предварительная обработка получаемых сигналов производится при помощи аппаратуры в стандарте КАМАК под управлением микро-ЭВМ<sup>13/</sup>, выполненной на базе микропроцессора INTEL 8080. После поступления сигналов готовности во время развертки частоты генератора Q-метра, блок сопряжения вырабатывает строб-импульсы, инициализирующие аналого-цифровое преобразование. После каждого цикла преобразования цифровой эквивалент аналогового сигнала записывается в память буферного накопителя. По окончании преобразования полного спектра ДМР микро-ЭВМ через магистраль КАМАК принимает массив данных из накопителя и суммирует его с данными, находящимися в ее памяти. Указанная процедура повторяется заданное число раз /обычно до 400/. Накопленный и усредненный массив данных при необходимости выводится на экран графического дисплея, на алфавитно-цифровое печатающее устройство, записывается на магнитную ленту кассетного накопителя.

Программа для микро-ЭВМ, написанная на ассемблере, позволяет считывать информацию с блоков КАМАК и управлять их работой, задавать различное число накоплений /1-65536/ и количество строб-импульсов на интервале развертки частоты /1-256/, производит накопление и усреднение спектров ЯМР, вычисляет интегральную интенсивность последних, управляет форматом вывода данных на внешние устройства и т.д.

Последующая обработка спектров ДМР производилась на ЭВМ БЭСМ-6. Процедура обработки данных описана в<sup>26/</sup>. В отличие от нее, в данной работе вычитание вклада систематических погрешностей на нелинейность Q-метра по поглощению<sup>15/</sup> производилось по программе, описанной в<sup>16/</sup>.

## 5. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДПЗМ

Процесс охлаждения установки от комнатной температуры до 4К вместе с операцией загрузки вещества мишени обычно занимает 10 ч. Все последующие операции вплоть до начала облучения мишени

Таблица

Параметры установки	Дейтронный вариант	Протонный вариант
Размеры мишени	$\phi 19,6$ мм, $l = 200$ мм, $V = 60$ см <sup>3</sup>	
Магнитное поле	2,08 Т	
Режим динамической поляризации	T = 0,3К, Мощность СВЧ = 90 мВт; f = 56 ГГц; $\dot{n}_3 = 3 \cdot 10^{-2}$ моль/с	
"Замороженный" режим	T = 0,02, $\dot{n}_3 = 2 \cdot 10^{-3}$ моль/с, H=0,45 Т	
Потребление жидкого гелия	1,5 л/ч при динамической накачке 0,5 л/ч при "замороженном" режиме	
Рабочее вещество мишени	дейтерированный этандиол (CD <sub>2</sub> OD) <sub>2</sub>	пропандиол - 1,2 (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> )
Содержание дейтерия и водорода в % по весу	17,6	11,0
Время релаксации поляризации в "замороженном" режиме	P <sub>-</sub> ≈ 300 ч P <sub>+</sub> ≈ 500 ч	P <sub>+</sub> ≈ 1200 ч P <sub>-</sub> ≈ 800 ч
Максимальная поляризация	P <sub>±</sub> = 37 ± 3%	P <sub>+</sub> = 90 ± 3% P <sub>-</sub> = 94 ± 3%
Время накачки поляризации до 0,8 /P <sub>max</sub> /	35 мин	40 мин
Время реверса поляризации	90 мин	120 мин

на пучке показаны на рис.6, Качественное изменение основных узлов рефрижератора растворения существенно улучшило параметры установки и в протонном варианте по сравнению с ранее описанным<sup>1/</sup>, поэтому мы сочли необходимым привести основные параметры как в дейтронном, так и в протонном вариантах /см.таблицу/. Следует заметить, что все экспериментальные результаты были получены в рабочих условиях на пучке синхротрона ИФВЭ /Серпухов/. Таким образом, поляризованная замороженная мишень установки может теперь работать в двух вариантах: протонном и дейтронном, что позволяет значительно расширить круг изучаемых по программе "Поляриметр" явлений.

В заключение авторы считают своим приятным долгом выразить признательность члену-корреспонденту АН СССР В.П.Джелепову, профессорам Ю.М.Казаринову, Л.И.Лапидусу, докторам физико-математических наук Б.С.Неганову, С.Б.Нурушеву за всестороннюю помощь и поддержку в работе.



Авторы благодарят за помощь в проведении экспериментов кандидата физико-математических наук А.П.Мещанина, А.Ф.Прудкоглада и О.Н.Щевелева, а также Р.Л.Хамидулина, И.З.Крахинова, А.О.Орлова, Т.Ф.Павлову за качественное изготовление узлов и приборов мишени, Т.Д.Гаевску - за помощь в оформлении рукописи.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Борисов Н.С. и др. ОИЯИ, 1-80-98, Дубна, 1980.
2. Аввакумов И.А. и др. Препринт ИФВЭ, 80-94, Серпухов, 1980.
3. Борисов Н.С. и др. ПТЭ, 2, 32, 1978.
4. Борисов Н.С. и др. В сб: Труды международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий, ОИЯИ, Д1, 2-82-27, Дубна, 1982, с.199.
5. Жарков В.Н., Силин В.П., ЖЭТФ, 37 /1959/, вып.1, /7/, 143.
6. De Bruyn Ouboter et al. Physica, 1960, 26, 853.
7. R.Radebaugh. NBS, 362, 1967.
8. Гладун А., Пешков В.П., ЖЭТФ /1972/, 1853, 62, № 5.
9. T.O.Niinikoski and S.M.Reiubland. In: Proc. of the IX Int. Cryogenic Engineering Conf. Kobe, Japan, 1982, p.580.
10. Arokin V.D. et al. Z., Phys. C., 1982, 15, 293.
11. Матафонов В.Н. ОИЯИ, 13-85-146, Дубна, 1985.
12. Габриэль Ф. и др. ОИЯИ, P13-11201, Дубна, 1978.
13. Сидоров В.Т. и др. ОИЯИ, P10-12481, Дубна, 1979.
14. Неганов А.Б. ОИЯИ, 8-85-291, Дубна, 1985.
15. Либург М.Ю., Матафонов В.Н. ОИЯИ, P13-81-365, Дубна, 1981.
16. Либург М.Ю., Страхота И., ОИЯИ, P13-81-748, Дубна, 1981.
17. Абрагам А., Ядерный магнетизм И.П.М., 1963, с.43.
18. T.O.Niinikoski. In: High Energy Spin Physics, 1982, AIP Conf.Proc, No.95, N.Y., 1983, p.367.
19. Kisselev Yu.F. et al. Nucl.Inst. and Meth., 1984, 220, 399.
20. Гарифьянов Н.С., ДАН СССР, 1968, 178, с.808.
21. De Boer W. et al. J.Low Temp. Phys., 1974, 15, 249.
22. Bunyatova E.I., Bubnov N.N. Nucl. Instr. and Meth., 1984, 219, 297.
23. Ash W. Nucl.Instr. and Meth., 1976, 134, 9.
24. Symons M. In: Proc. of the II Workshop on Polarised Target Materials, Chilton, 1980, p.56.
25. Hill D. In: High Energy Spin Physics, 1982, AIP Conf, Proc. No.95, New York, 1983, p.479.
26. Борисов Н.С. и др. ЖЭТФ, 1984, 87, с.2234.

Рукопись поступила в издательский отдел  
23 апреля 1985 года

Борисов Н.С. и др.

P1-85-292

Дейтронная поляризованная замороженная мишень  
объемом  $60 \text{ см}^3$

Описана дейтронная поляризованная замороженная мишень длиной 20 см, объемом  $60 \text{ см}^3$  и весом 44 г. Динамическим методом при температуре 0,3 К, в магнитном поле 2,08 Т, в полностью дейтерированном этандиоле, содержащем Cr(V)-комплекс, достигается поляризация  $P = 0,37 \pm 0,03$ . Время спин-решеточной релаксации отрицательной и положительной поляризации составляет 300 и 500 ч соответственно, при температуре 20 мК в магнитном поле 0,4 Т.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1985

Перевод О.С.Виноградовой

Borisov N.S. et al.

P1-85-292

$60 \text{ cm}^3$  Deuteron Polarized Frozen  
Spin Target

The deuteron polarized frozen spin target (20 cm length,  $60 \text{ cm}^3$  volume and 44 g weight) is described. By means of nuclear dynamic polarization at 0.3 K temperature and 2.08 T magnetic field in completely deuterized ethandion containing Cr(V) complex  $P = 0.37 \pm 0.03$  polarization has been achieved. Spin-lattice relaxation time of negative and positive polarization are 300 and 500h, respectively, at 20 mK temperature and 0.4T magnetic field.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research, Dubna 1985