

ПРИБОРЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ
В ЛАБОРАТОРИЯХ

УДК 53.08+681.2+681.5

ГЕЛИЕВЫЙ ПРОТОЧНЫЙ КРИОСТАТ ДЛЯ Э.П.Р.-СПЕКТРОМЕТРА

© 2008 г. Е. И. Демихов^{1,2}, К. П. Мелетов^{1,3}, А. А. Гиппиус⁴, П. Г. Наумов^{1,2}

Поступила в редакцию 12.03.2008 г.

После доработки 27.05.2008 г.

Технические сложности при создании криостата для исследования электронного парамагнитного резонанса (э.п.р.) при гелиевых температурах связаны с ограниченными размерами камеры для образцов и паразитными сигналами от ее материала. Оптимальным решением является использование двустенного кварцевого дюара, помещаемого внутрь резонатора и сопряженного с теплообменником криостата, при этом охлаждение образцов осуществляется непрерывной прокачкой паров гелия [1]. Определяющими параметрами такого криостата являются минимально достижимая температура образцов, рабочий диапазон температур и точность ее стабилизации.

Мы предлагаем конструкцию проточного гелиевого криостата с двухконтурной системой стабилизации температуры, совместимого с различными моделями э.п.р.-спектрометров [2]. Криостат обеспечивает стабилизацию температуры в широком диапазоне, оптимальный расход гелия и быструю смену образцов.

Криостат состоит из вакуумированного корпуса, хладопровода, медного теплообменника с резистивным нагревателем, датчика температуры – термопары Cu/Cu:Fe, вакуумированной транспортной линии для введения жидкого гелия из дюара в криостат, температурного контроллера и маностата с электромагнитным клапаном. Медный теплообменник находится в тепловом контакте с кварцевым дюаром с двойными вакуумированными стенками, а вокруг теплообменника расположен медный экран, охлаждаемый исходящим потоком гелия. Внутренний объем криостата соединен с полостью между двойными стенками кварцевого дюара и откачивается как единое целое для обеспечения вакуумной тепловой изоляции внутренних частей криостата. На стенке медного экрана расположен адсорбционный угольный насос, который активируется при охлаждении экрана, что приводит к улучшению вакуума до 10^{-6} мбар.

Кварцевый дюар размещен внутри резонатора э.п.р.-спектрометра, а исследуемое вещество в ампуле помещается в продуваемом парами гелия

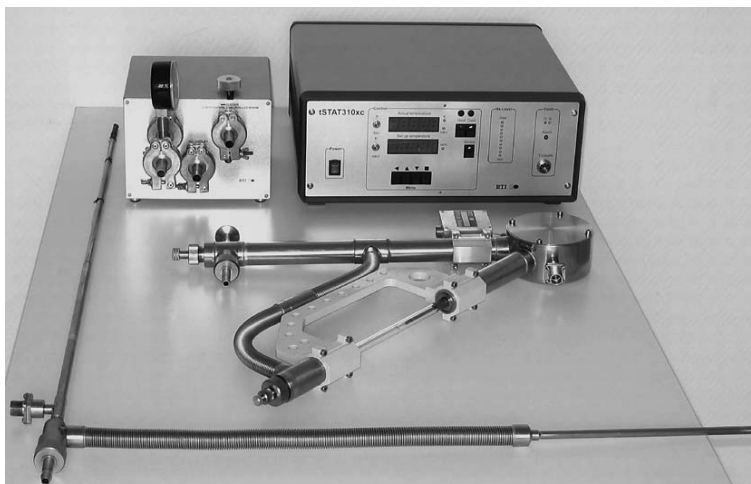


Рис. 1. Внешний вид гелиевого проточного криостата для э.п.р.-спектрометра.

¹ ООО “РТИ, криомагнитные системы”, Черноголовка Московской области.

² Физический институт РАН им. П.Н. Лебедева, Москва.

³ ИФТТ РАН, Черноголовка Московской области.

⁴ Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва.

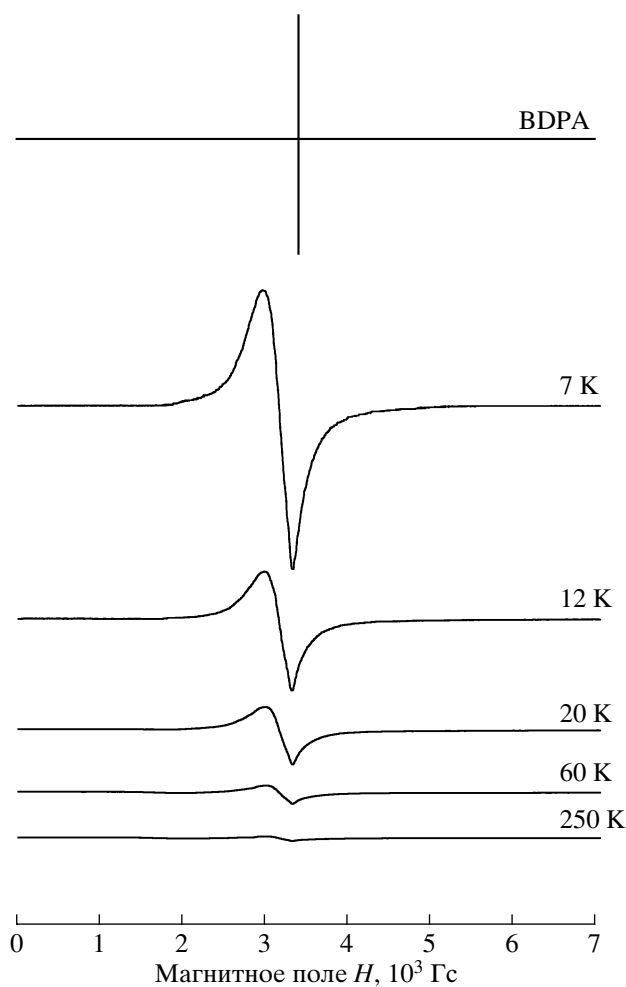


Рис. 2. Спектры э.п.р. $\text{Cu}_2[\text{PO}_3(\text{CH}_2)\text{PO}_3]$ в температурном интервале 7–250 К, снятые с использованием гелиевого криостата на э.п.р.-спектрометре ADANI PS100.

канале дюара. Теплообменник и кварцевый дюар охлаждаются потоком паров гелия, интенсивность которого регулируется блоком температурного контроллера и маностатом с электромагнитным клапаном. Передавливание гелия из дюара в криостат осуществляется за счет избыточного давления паров гелия в дюаре, создаваемого с помощью резистивного нагревателя на транспортной линии.

Стабилизация температуры в центральном канале кварцевого дюара осуществляется по двухконтурной схеме: регулировкой потока гелия и резистивным нагревателем на теплообменнике. Двухконтурная система стабилизации температуры включает в себя маностат и электронный блок температурного контроллера, управляющий электромагнитным клапаном и резистивным нагревателем теплообменника по п.и.д.-программе.

Избыточное давление паров гелия в транспортном дюаре стабилизируется на необходимом уровне мембранным клапаном маностата.

Комплект криостата для э.п.р.-спектрометра приведен на рис. 1. Компактная конструкция криостата обеспечивает его малую инерционность, быстрое изменение температуры и умеренное потребление жидкого гелия. Замена ампулы с образцом возможна при любой температуре в пределах рабочего диапазона.

Гелиевый проточный криостат был совмещен с э.п.р.-спектрометром ADANI PS100, в стандартную комплектацию которого гелиевый криостат не входит. Для демонстрации возможностей разработанного криостата было выполнено исследование э.п.р. в кристаллах $\text{Cu}_2[\text{PO}_3(\text{CH}_2)\text{PO}_3]$ в температурном интервале 7–250 К, результаты которого приведены на рис. 2.

Полученные спектры э.п.р. демонстрируют температурную зависимость, характерную для квазиодномерных кристаллических веществ с локализованными магнитными моментами. Верхняя кривая на рис. 2 представляет собой спектр э.п.р. от органического соединения BDPA, которое дает узкий симметричный резонансный сигнал с $g = 2.0023$ и большой амплитудой при комнатной температуре. Используя этот сигнал в качестве эталонного, можно вычислить g -фактор исследуемого соединения $\text{Cu}_2[\text{PO}_3(\text{CH}_2)\text{PO}_3]$, точная величина которого по результатам измерений составила $g = 2.1$.

Основные характеристики криостата. Хладагент – жидкий гелий. Размеры ампулы с образцом $\varnothing 3.5 \times 220$ мм, кварцевого дюара $\varnothing 10.5 \times 300$ мм; диаметр внутреннего канала кварцевого дюара 4.5 мм. Термопара – Cu/Cu:Fe. Расстояние от термопары до образца 11.5 мм; интервал температур 6.5–273 К; минимальная температура при откачке He 4 К; точность поддержания температуры не менее ± 0.3 К. Время охлаждения до 6.5 К – 35 мин. Время замены образца 5 мин. Потребление жидкого гелия при 6 К < 1 л/ч. Масса термостата 7 кг.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lundin A., Aasa R. // Journal of Magnetic Resonance. 1972. V. 8. P. 70.
2. Демихов Е.И., Мелетов К.П., Каржавин В.А. Патент РФ № 65194. Класс МПК F25D 3/10. // БИ. 2007. № 21.

Адрес для справок: Россия, 142432, Черноголовка Московской обл., ул. Институтская, 2, ООО “РТИ, криомагнитные системы”, телефон/факс: (495) 747 94 48. E-mail: ito@issp.ac.ru; website: www.cryo.ru