

PACS: 76.60.-k, 84.32.Nh, 84.71.Ba, 84.71.Mn

Д.О. Федюк, Д.В. Варюхин, Л.Н. Прокофьева, Н.В. Таряник

## СВЕРХПРОВОДНИКОВЫЙ СОЛЕНОИД ДЛЯ СПЕКТРОМЕТРА ЯМР ШИРОКИХ ЛИНИЙ НА 300 МГц

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 6 ноября 2018 года

*Дано описание сверхпроводникового соленоида (СПС) с индукцией магнитного поля 7.4 Т для спектрометра ЯМР широких линий на 300 МГц. Неоднородность магнитного поля в объеме ампулы диаметром  $d = 10$  мм и длиной  $l = 10$  мм равна  $5 \cdot 10^{-7}$ , а при  $d = 5$  мм и  $l = 10$  мм –  $10^{-7}$  Ое. Исследована стабильность магнитного поля соленоида в режиме «замороженного» потока в зависимости от способа запитки. При возбуждении магнитного поля с перемагничиванием, например, величиной 0.53% стабильность поля уже в первые часы достигает уровня  $10^{-7}$  Ое/ч, в то время как при возбуждении поля без перемагничивания –  $10^{-4}$ – $10^{-5}$  Ое/ч. Исследовано также влияние колебаний температуры жидкого гелия на стабильность магнитного поля соленоида.*

**Ключевые слова:** сверхпроводниковый соленоид, индукция магнитного поля, однородность и стабильность магнитного поля, критический ток, перемагничивание обмотки

Сильные магнитные поля с высокой однородностью получают с помощью СПС. На сегодняшний день в странах СНГ имеются разработки только соленоидов для спектрометров ЯМР высокого разрешения на 200 МГц (индукция магнитного поля 4.7 Т) [1,2]. Зарубежными фирмами Bruker, Varian и Oxford Instrument освоен широкий класс СПС для спектрометров ЯМР высокого разрешения до 500 МГц, однако в своих рекламных проспектах они, как правило, приводят только основные характеристики устройств.

В настоящей работе представлены результаты исследований созданного соленоида с высокой однородностью магнитного поля, изготовленного из сверхпроводникового провода HT-50, для спектрометров ЯМР широких линий на 300 МГц. Резонансное значение индукции магнитного поля данного СПС равно 7.05 Т. Разработанный СПС конструктивно состоит из двух коаксиальных секций одинаковой длины (таблица). Секции изготовлены из многожильного сверхпроводника диаметром 0.5 мм, при этом внутренняя секция намотана проводником с коэффициентом заполнения по сверхпроводнику 48%, наружная – 39%. Число витков во внутренней секции 15783, в наружной – 14430. Для изготовления СПС использовано 9.1 км провода, что всего лишь на 14% больше, чем для оптимального по объему СПС, скорректированного внутренним пазом [3].

Размеры паза внутренней секции выбраны из условия коррекции магнитного поля одновременно двух секций. Расчетная неоднородность поля составляет  $2 \cdot 10^{-6}$  Ое на длине 10 mm вдоль оси СПС.

Таблица

Геометрические размеры секций, mm						Магнитная постоянная, Т/А	Индуктивность, Н
Диаметр		Длина	Размеры внутреннего паза				
внутренний	наружный		Диаметр		Длина		
			внутренний	наружный			
62.0	99.7	220	62.0	66.2	60.6	0.0783	5.6
106.0	143.0	220	–	–	–	0.0770	8.3

Перед испытаниями СПС сначала были проведены измерения критического тока секций, которые показали, что имеет место его «тренировка» (рис. 1). Максимальная величина критического тока внутренней секции составила 68 А, наружной – 57, а всего СПС – 48 А, при этом магнитная индукция составила 7.4 Т. Хотя обмотка соленоида не компаундирована, он сохранил величину достигнутого критического тока в последующих экспериментах при многократном его отогреве до комнатной температуры. Магнитное поле вдоль оси СПС измеряли автодинным ЯМР-тесламетром [4]. Неоднородность поля в центре соленоида составила  $6 \cdot 10^{-5}$  на длине 10 mm вдоль его оси. Отличие измеренной неоднородности поля от расчетной обусловлено, по-видимому, различной плотностью витков секций (в силу того, что диаметр сверхпроводника отличался от куска к куску в пределах 0.02 mm), а также изменением размеров обмотки при охлаждении до 4.2 К, действием электромагнитных сил и др.

Чтобы уменьшить токи коррекции в сверхпроводниковых шиммах, при настройке высокой однородности поля была проведена его докоррекция

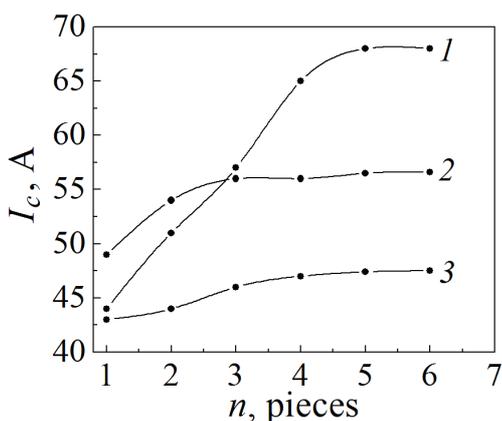


Рис. 1. Зависимость критического тока от числа переходов в нормальное состояние: 1 – внутренней секции, 2 – наружной, 3 – всего СПС

вдоль оси СПС. Обработка на ЭВМ исходного распределения поля соленоида позволила определить его градиенты  $dB/dz$  и  $d^2B/dz^2$ , которыми обусловлена низкая однородность поля. По значениям этих градиентов были определены размеры и количество витков обмотки докоррекции поля. Обмотка градиента  $dB/dz$  выполнена в виде двух встречно-включенных однослойных катушек длиной 8 mm с межцентровым расстоянием 156 mm, а обмотка градиента  $d^2B/dz^2$  – в виде однослойной катушки длиной 220 mm. Эти обмотки изготовлены из того же сверхпроводника, что и обмотка СПС, установлены на поверхности наружной секции и соединены последовательно с ней. После выполнения докоррекции неоднородность поля уменьшилась до  $3 \cdot 10^{-6}$  на длине 10 mm вдоль оси СПС.

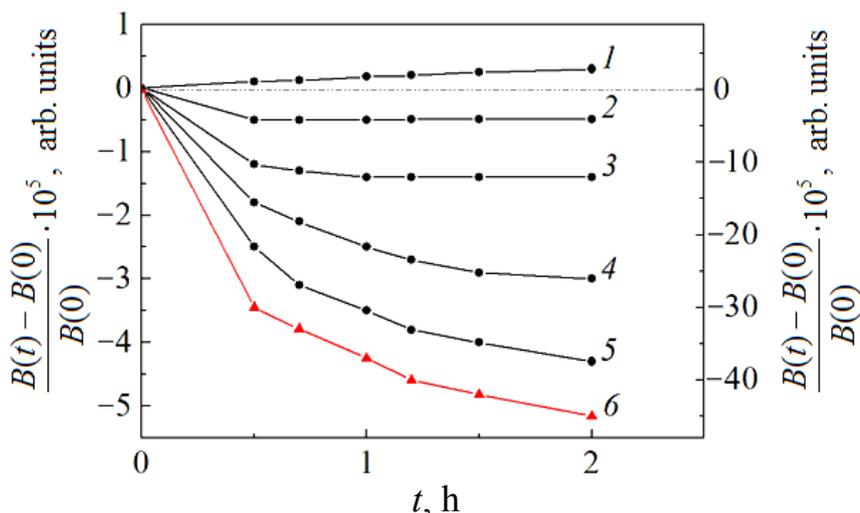
Дальнейшее повышение однородности поля в объеме ампул размерами  $d = 5$  mm,  $l = 10$  mm и  $d = 10$  mm,  $l = 10$  mm со спин-содержащим веществом, включающим ядра водорода, производили с помощью сверхпроводниковых шиммов [5] в составе обмоток осевых  $dB/dz$  и  $d^2B/dz^2$  и радиальных  $dB/dx$ ,  $dB/dy$ ,  $d^2B/dzdx$  и  $d^2B/dzdy$  градиентов поля. Как и СПС, шиммы закорочены сверхпроводниковыми ключами, а соединения выводов выполнены холодной сваркой сверхпроводников. Шиммы установлены на отдельном каркасе и расположены в отверстии СПС.

В этом случае магнитное поле измеряли магнитометром ЯМР высокого разрешения ВР-200 [6], а его неоднородность в объеме ампул определяли по ширине сигнала поглощения от ядер H воды.

Исходная неоднородность поля в объеме ампулы диаметром  $d = 10$  mm и длиной  $l = 10$  mm составила всего лишь  $6 \cdot 10^{-5}$ , а при  $d = 5$  mm и  $l = 10$  mm –  $2 \cdot 10^{-5}$  Oe, что намного больше, чем вдоль оси СПС. В процессе корректирования установлено, что неоднородность поля в объеме обусловлена присутствием в распределении поля большого радиального градиента  $dB/dx$ . Для его компенсации в соответствующую шимму вводили ток 7 A, в то время как в остальных шиммах ток не превышал 0.5 A. Легко достигаемая неоднородность поля в объеме размерами  $d = 10$  mm и  $l = 10$  mm составила  $5 \cdot 10^{-7}$ , а при  $d = 5$  mm и  $l = 10$  mm –  $10^{-7}$  Oe. После достижения заданной неоднородности поля ключи шимм «замораживали» и СПС переводили в режим «замороженного» магнитного потока с высокой стабильностью поля.

В этом режиме исследовали нестабильность магнитного поля соленоида. Поле возбуждали двумя способами: 1) без перемагничивания – путем увеличения тока от нуля до заданного значения с последующим «замораживанием» ключа СПС; 2) с перемагничиванием – путем ввода тока величиной на 0.3–1.5% больше рабочего, уменьшения его до рабочего значения с последующим «замораживанием» ключа СПС [7].

На рис. 2 приведены результаты вычисления нестабильности магнитного поля в первые часы после его возбуждения. Как видим, самая большая нестабильность поля  $10^{-4}$  Oe/h имеет место в слабом поле 1.65 T при возбуждении



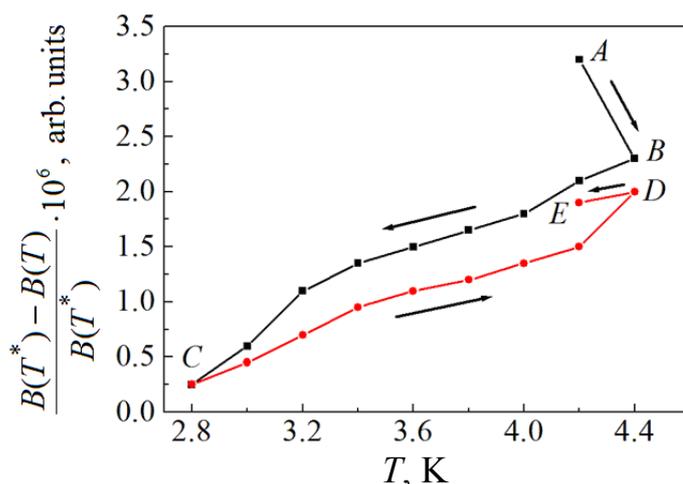
**Рис. 2.** Изменение магнитного поля СПС во времени: 1, 2 и 3 – нестабильность поля при возбуждении его с перемагничиванием обмотки СПС током величиной 0.53% от рабочего значения; 4, 5 и 6 – то же без перемагничивания; кривые 3 и 6 соответствуют индукции 1.65 Т, 2 и 5 – 4.7 Т, 1 и 4 – 7.05 Т

его без перемагничивания. В полях 4.7 и 7.05 Т нестабильность поля меньше и равна  $3 \cdot 10^{-5}$  Ое/ч, причем во всех случаях наблюдается его затухание.

Перемагничивание существенно уменьшает нестабильность магнитного поля. Так, в поле 1.65 Т (кривая 3) она составила около  $5 \cdot 10^{-6}$  Ое/ч, а в полях 4.7 и 7.05 Т (кривые 2 и 1) –  $(2-3) \cdot 10^{-7}$  Ое/ч (причем в этих поля наблюдается дрейф магнитного поля вверх). Причиной большой нестабильности поля СПС в начальный период времени после ввода тока и «замораживания» ключа являются токи Фуко в композитном сверхпроводнике, которые индуцируются в нем при возбуждении поля и медленно затухают после завершения возбуждения. Затухание токов Фуко индуцирует дополнительный транспортный ток в СПС, который может складываться с основным «замороженным» током или вычитаться из него и, следовательно, приводит к возрастанию или затуханию магнитного поля соленоида.

Таким образом, перемагничивание обмотки СПС током величиной 0.53% от рабочего значения наиболее эффективно в поле 4.7 Т, поскольку по истечении 1 ч после введения тока в СПС поле практически не изменилось во времени. Для поля 1.65 Т такого перемагничивания недостаточно, для поля 7.05 Т оно несколько велико. Долговременная нестабильность магнитного поля, вычисленная по истечении 270 ч с момента его возбуждения, составила менее  $5 \cdot 10^{-10}$  Ое/ч. Это свидетельствует о том, что сопротивление соединительных контактов сверхпроводников менее  $10^{-12}$  Ω.

Ранее при настройке СПС спектрометра ЯМР высокого разрешения на 200 МГц [2] был замечен дрейф сигнала ЯМР относительно исходного положения примерно на 10 Hz (на уровне  $5 \cdot 10^{-8}$  Ое). Позже было установлено, что подобный дрейф обусловлен изменением давления газообразного гелия



**Рис. 3.** Зависимость магнитного поля от температуры обмотки СПС:  $A-B$ ,  $C-D$  – повышение температуры;  $B-C$ ,  $D-E$  – понижение

в газгольдере, а следовательно, и температуры жидкого гелия в криостате, и соответственно температуры СПС.

Исследована нестабильность магнитного поля по изменению резонансной частоты сигнала ЯМР при изменении температуры жидкого гелия в диапазоне 2.8–4.4 К. Температурный коэффициент изменения частоты сигнала ЯМР при индукции 4.7 Т ( $f_0 = 200$  МГц) вблизи  $T^* = 4.2$  К составил  $10^{-6} \text{ deg}^{-1}$ , вблизи 3 К – примерно  $2 \cdot 10^{-6} \text{ deg}^{-1}$  (рис. 3). То есть колебания температуры жидкого гелия в пределах 1% (0.05 К) приводят к нестабильности магнитного поля на уровне  $5 \cdot 10^{-8}$  Ое.

### Выводы

1. Установлена возможность получения высокооднородного магнитного поля с индукцией 7.4 Т в рабочем отверстии СПС диаметром 62 мм и длиной обмотки 220 мм. Неоднородность магнитного поля в объеме ампулы диаметром  $d = 10$  мм и длиной  $l = 10$  мм равна  $5 \cdot 10^{-7}$ , а при  $d = 5$  мм и  $l = 10$  мм –  $10^{-7}$  Ое.

2. Исследования по затуханию магнитного поля во времени в режиме «замороженного» потока показали преимущества возбуждения магнитного поля с перемагничиванием для достижения высокой стабильности поля. Так, перемагничивание поля величиной 0.53% обеспечивает высокую стабильность поля сразу после запитки СПС током на уровне  $10^{-7}$  Ое/ч, в то время как при возбуждении поля без перемагничивания нестабильность поля находится на уровне  $10^{-4}$ – $10^{-5}$  Ое/ч.

3. По изменению резонансной частоты сигнала ЯМР изучена нестабильность магнитного поля при изменении температуры жидкого гелия в диапазоне 2.8–4.4 К.

1. *И.С. Краинский, И.Ф. Щеголев, В.А. Рубцов*, в кн.: Сверхпроводящие сплавы и соединения, Наука, Москва (1972), с. 177.
2. *В.И. Курочкин, А.Я. Лаптиенко, Н.В. Таряник, В.П. Луценко*, ПТЭ № 2, 183 (1983).
3. *В.В. Сухой, В.В. Пермяков, Н.В. Таряник, В.В. Шапаренко*, в сб.: Вопросы атомной науки и техники. Серия: Фундаментальная и прикладная сверхпроводимость, ННЦ ХФТИ, Харьков (1976), вып. 1(4), с. 46–49.
4. *А.А. Глуценко, А.Я. Лаптиенко, Н.Н. Карагай, В.И. Курочкин*, Измерительная техника № 6, 56 (1984).
5. *В.Б. Назаров, В.А. Забродин, И.С. Краинский, Л.И. Гальперин*, ПТЭ № 5, 208 (1971).
6. *В.И. Курочкин, А.Я. Лаптиенко, В.П. Луценко*, ПТЭ № 2, 239 (1984).
7. *А.с. № 546048 (СССР)*, Способ возбуждения магнитного поля в сверхпроводящем соленоиде, В.П. Бубнов, И.С. Краинский, И.Ф. Щеголев, Оpub. 05.02.77, Бюл. № 5.

*D.O. Fedyuk, D.V. Varyukhin, L.N. Prokof'eva, N.V. Taryanik*

## SUPERCONDUCTING SOLENOID FOR THE SPECTROMETER OF NMR OF WIDE LINES AT 300 MHz

A description of a superconducting solenoid (SCS) characterized by magnetic field induction of 7.4 T for the spectrometer of NMR of wide lines at MHz is presented. Inhomogeneity of the magnetic field within the ampulla of  $10 \times 10$  mm and  $5 \times 10$  mm in size is equal to  $5 \cdot 10^{-7}$  Oe and  $10^{-7}$  Oe, respectively. The stability of the solenoid magnetic field is tested in the mode of «frozen flux» with respect to the method of feeding. When the field excitation is combined with the magnetic reversal, for example, by 0.53%, the field stability achieves  $10^{-7}$  Oe/h in the first hours, whereas excitation without a reversal is characterized by  $10^{-4}$ – $10^{-5}$  Oe/h. The effect of oscillations of the liquid helium temperature on the stability of the solenoid magnetic field is studied.

**Keywords:** superconducting solenoid, magnetic field induction, homogeneity and stability of magnetic field, critical current, magnetic reversal of the coil

**Fig. 1.** Critical current vs the number of transitions to the normal state: 1 – internal section, 2 – external section, 3 – the whole SCS

**Fig. 2.** Time dependence of the magnetic field of the SCS: 1, 2 and 3 – field instability in the course of excitation with magnetic field reversal of the SCS coil by the current of 0.53% of the operating value; 4, 5 and 6 – the same without a reversal; curves 3 and 6, 2 and 5, 1 and 4 are related to induction of 1.65 T, 4.7 T, and 7.05 T, respectively

**Fig. 3.** SCS coil temperature dependence: A–B, C–D – temperature increase; B–C, D–E – decrease