

УСТАНОВКА ДЛЯ ТЕРМОСТАТИРОВАНИЯ ОБРАЗЦА В СПЕКТРОМЕТРЕ ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

С. И. РУКОЛЕЕВ

(Представлена научным семинаром кафедры радиационной химии ХТФ)

При исследовании кинетики отжига радиационных нарушений в твердых телах и других исследованиях методом электронного парамагнитного резонанса необходимо изменять температуру образца, помещенного в резонатор радиоспектрометра, в широком интервале температур (от точки кипения жидкого азота до $+300^{\circ}\text{C}$). При этом точность поддержания заданной температуры в любой точке указанного интервала должна быть не хуже $\pm 1^{\circ}\text{C}$. Часто для этой цели при снятии температурных зависимостей сигнала парамагнитного резонанса применяют различные устройства: криостат при работе от -4°K до 300°K [1] и специальной конструкции печь, помещаемую в резонатор при температурах выше комнатной [2]. Неприменимость подобных устройств при изучении температурно нестабильных сигналов в широком интервале температур очевидна. Имеются и более универсальные устройства термостатирования, подобные описанным в работах [3, 4], но температура образца в этих установках регулируется и поддерживается вручную, что естественно, снижает точность термостатирования и создает значительные неудобства в работе.

В описываемой установке термостатирование образца достигается помещением последнего в струю газа с заданной температурой. Малые размеры образца и большая скорость потока газа обеспечивают быстрое и почти полное уравнивание температуры образца и термостатирующего газа. Применение системы автоматического регулирования повышает стабильность заданной температуры и позволяет осуществить плавное изменение температуры по линейному закону с большой точностью, что бывает необходимо при проведении некоторых экспериментов.

Работает установка следующим образом.

В замкнутом металлическом сосуде Дьюара (12) (рис. 1), наполненном жидким азотом, при помощи нагревателя (13) создается избыточное давление, под действием которого жидкий азот по медному капилляру (10) подается в камеру нагрева, образованную кварцевой дьюаровской трубкой (6), тефлоновой пробкой (9), асбестовой теплоизоляции (5) и тефлоновым уплотнением (4). Применение дьюаровской трубки (6) обусловлено необходимостью уменьшить теплообмен испаряемого азота с окружающей средой, так как в противном случае будет трудно получить температуру в месте расположения образца,

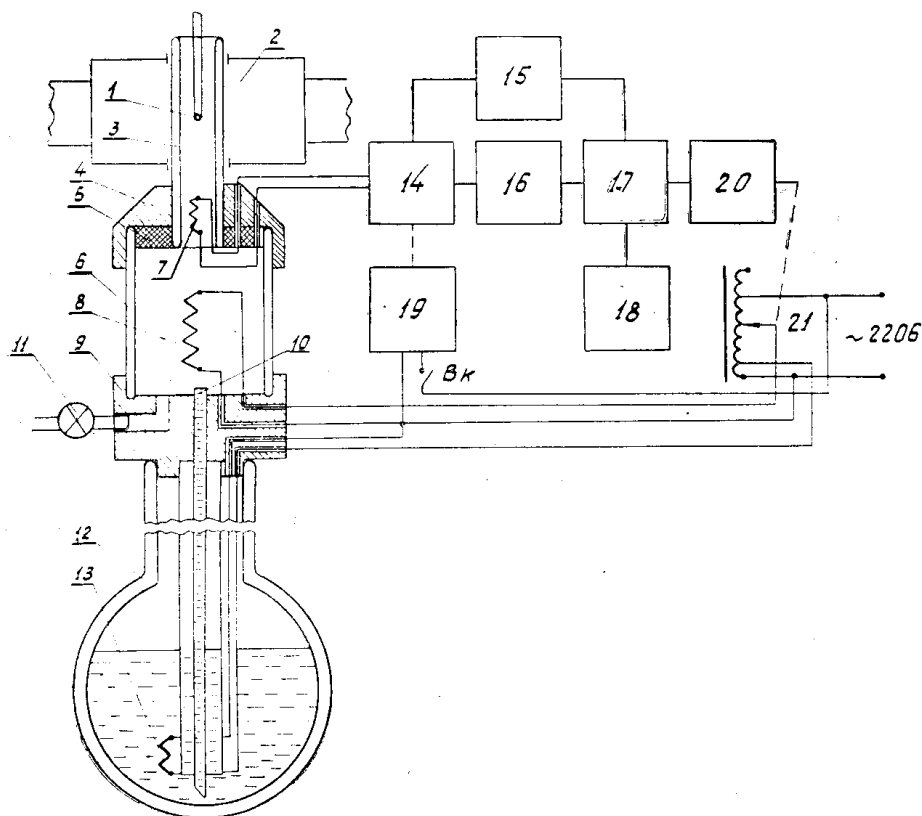


Рис. 1. Схема установки

близкую к точке кипения азота. Нагреватель (8), помещенный в трубку 6, питается от ЛАТРа (21), управляемого системой автоматического регулирования.

Испарившийся и нагретый до необходимой температуры газообразный азот направляется затем на образец 1, находящийся в резонаторе (2) радиоспектрометра, при помощи кварцевой дьюаровской трубки 3 малого диаметра, что предохраняет резонатор от изменений температуры, которые влияют на параметры радиоспектрометра в процессе записи спектров образца при различных температурах. Температура газа контролируется малоинерционным, подобным описанному в работе [5], платиновым термометром сопротивления, который входит в одно из плеч измерительного моста 14. В соседнем плече моста включено точное переменное сопротивление с линейной характеристикой, служащее задатчиком температуры. При равенстве сопротивлений термометра и задатчика мост находится в равновесии, а вся система регулирования в покое. В случае разбаланса моста, что имеет место или при изменении температуры вследствие дестабилизирующих факторов, или при изменении положения задатчика вследствие необходимости изменить температуру, на выходе моста появляется сигнал разбаланса.

Так как фаза сигнала разбаланса измерительного моста зависит от знака разности сопротивлений термометра и задатчика, то на выходе усилителя необходим фазовый детектор, управляющий работой исполнительного механизма таким образом, чтобы разность сопротивлений термометра и задатчика под действием перемещения исполнительного механизма стремилась к нулю. Для усиления и фазового детек-

тирования сигнала разбаланса измерительного моста используется усилитель (16) и фазовый детектор (17). Чтобы повысить чувствительность и помехоустойчивость, на выходе усилителя стоит узкополосный каскад. Введение в сигнал регулирования компоненты, пропорциональной скорости изменения температуры, значительно повышает устойчивость, точность и быстродействие системы регулирования. Достигается это введением цепи (18), выделяющей производную сигнала разбаланса моста.

Исполнительным механизмом системы регулирования служит реверсивный двигатель РД-09 (20), вал которого механически соединен с подвижным контактом ЛАТРа (21), питающего нагреватель (8). Чтобы наводки на измерительную схему и входные цепи усилителя с частотой 50 гц, избавиться от которых очень трудно, не влияли на работу системы регулирования, рабочая частота системы автоматического регулирования выбрана равной 100 гц. Напряжение этой частоты формируется специальной схемой (15) и подается затем на измерительный мост и фазовый детектор.

При необходимости плавного изменения температуры по линейному закону ось датчика температуры механически соединяется с осью синхронного мотора (19) типа ДСД-2 через понижающий редуктор с изменяемым передаточным числом, что позволяет получать различные скорости ведения температуры.

В случае работы при температуре выше комнатной в пробке (9) предусмотрен канал, перекрываемый краном (11), по которому сжатый воздух от компрессора подается в нагревательную камеру. Это создает дополнительные удобства при работе. Принципиальная электрическая схема системы автоматического регулирования приведена на *рис. 2*.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р. А. Житников, Н. В. Колесников. ПТЭ, № 5, стр. 236—237 (1965).
2. А. М. Чайкин. ПТЭ, 16, стр. 178 (1963).
3. Т. М. Сонног. British Tournal of Appl. Phys. 14, № 6, p. 396 (1963).
4. R. L. James and W. S. Neikam. Jorna of Scientifis Instrument 43, 14, p. 272, (1966).
5. А. М. Зайцев. ПТЭ, № 1, стр. 228, (1964).

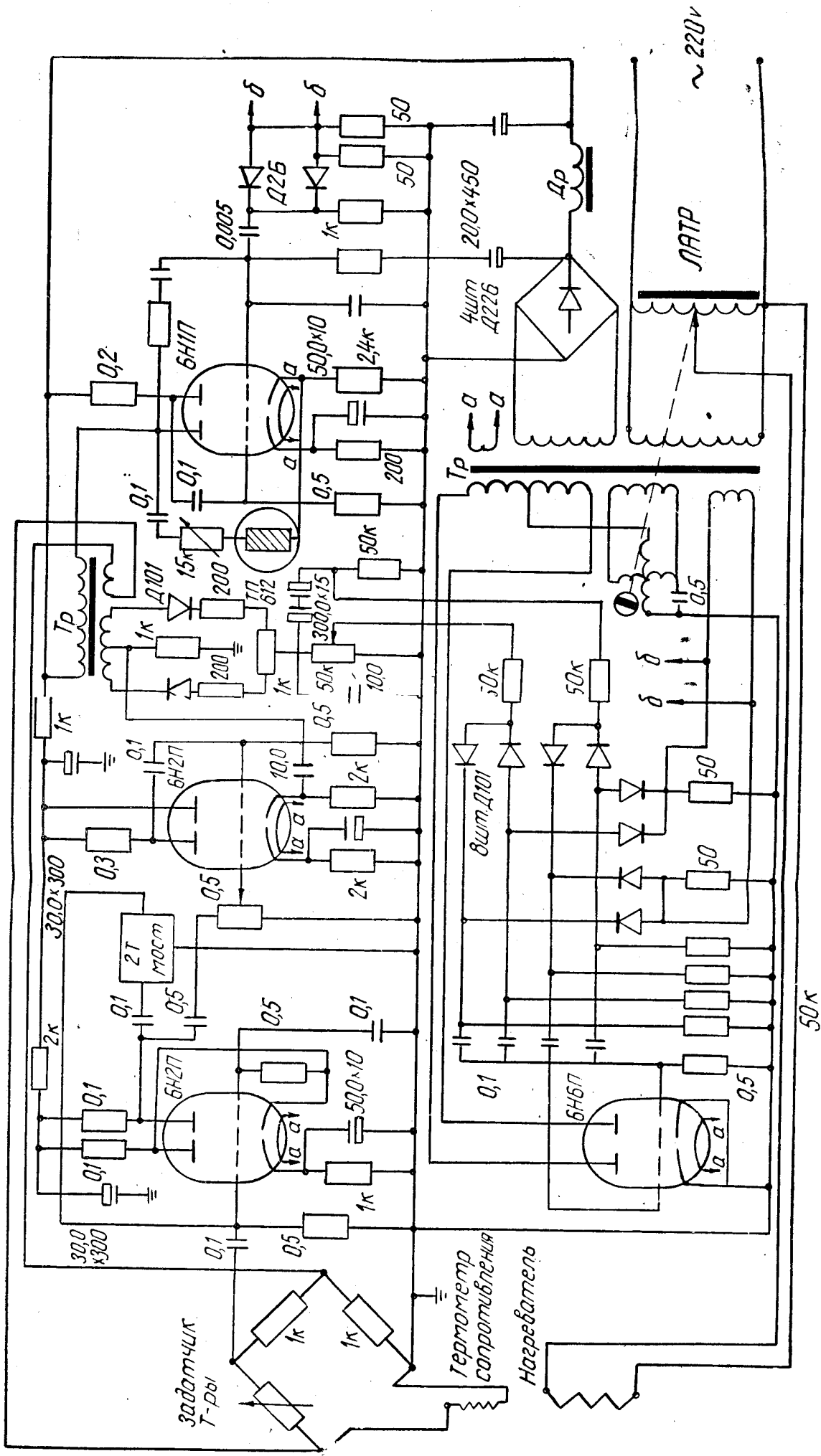


Рис. 2. Принципиальная электрическая схема системы регулирования

ЗАМЕЧЕННЫЕ ОПЕЧАТКИ

Страница	Строка	Напечатано	Следует читать
4	Табл. 4	Расщепление	Расщепление, гаусс
8	Рис. 2	1000 ,А	10000 ,А ⁰
19	1-ая снизу	В. М. Лихин ДАН СССР	В. М. Лыхин ДАН СССР
22	24 сверху	$O^{\ominus} = \square + 2e + 1/20_2$	$O^{\ominus} = \square + e + 1/20_2$
23	13 сверху	За счет электронов	За счет захвата электронов
	16 сверху	Кристаллов постоянных	кристаллов постоянным
28	7 снизу	$A^{\ominus} \rightleftharpoons A^{\ominus} + e$	$A^{\ominus} \rightleftharpoons A^{\ominus} + e$
36	12 снизу	Zoumeine	Roumeine
40	3 сверху	выходе	выходе
44	5 снизу	(II)	(I)
47	3 сверху	и окружающее	в окружающее
51	Табл. I	NH_3^+	NH_3^+
51	Табл. I	HCl_{37}^+	HCl_{37}^+
54	Рис. 2	t (сек)	igt (сек)
64	5 сверху	кристаллах позволяет получить с контроли- руемой величиной по- верхности	кристаллах с контролируемой величиной поверхности позволяет получить
69	8 сверху и 13 снизу	ПП—Ш	ПП—III
70	Табл. I	$0,99 + 1,06 \cdot 10^{13}$	$0,99 + 1,06 \cdot 10^{13}$
	3 и 6 снизу	А. Д. Уоббе	А. Д. Уoffe
71	авторы	Д. А. Захаров	Ю. А. Захаров
	7 снизу	0,5 %	0,05 %
74	подпись под рис. 4	$lg \delta$	$lg \sigma_{\gamma}$
	10 снизу	$N_3^{\ominus} \rightleftharpoons N_3^0 + 1$	$N_3^{\ominus} \rightleftharpoons N_3^0 + e$
77	подпись под рис. 1 и 2	НО	Н ₀
79	5 и 6 сверху	ClO	ClO ₃ ⁻
81	17 снизу	$Cl_4^{\ominus} \rightleftharpoons Cl_{4,1}, [ClO_4^{\ominus}]^*$	$ClO_4^{\ominus} \rightleftharpoons ClO_{4,e}, [ClO_4^{\ominus}]^*$
88	8 сверху	% 116δ	№ 1168
		I_{18}	$^{15}NH_3$
91	2 снизу	$^{14}N^{15}N + ^{12}C^{16}O +$	$^{12}C^{16}O + ^{14}N^{15}N +$
	11 снизу	Каделацы	Каденацы
III.	1 снизу	Kj	KI
126	7 сверху	$G = g + j$	$G = g + \gamma$
128	1 снизу	V	V _K
132	11 сверху	спектрометрия	спектроскопия
146	5 снизу		