انرژی‌دهی به آهنربای دستگاه NMR ۴۰۰ مگا هرتز

مهرداد مرادی[1*]

اطلاعات مقاله:

نشریه رویکردهای نوین در آزمایشگاه‌های علمی ایران
سال پنجم، شماره ۲، ۱۴۰۰
صفحات: ۲۲-۱۵
شاپای چاپی: ۶۴۰۱-۲۵۸۸
شاپای الکترونیکی: ۶۴۱X-۲۵۸۸
وب‌سایت: shaajournal.msrt.ir
تاریخ ارسال: ۱۴۰۰/۰۱/۲۵
تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۱۰/۲۰
نشر آنلاین: ۱۴۰۱/۰۵/۲۶

مهرداد مرادی

چکیده

در این مقاله گزارش مختصری از نحوه انرژی‌دهی دستگاه تشدید مغناطیسی هسته ۴۰۰ مگاهرتز (NMR۴۰۰MHz) ارائه شده است. انرژی‌دهی دستگاه هنگامی که دستگاه برای بار اول نصب می شود و یا پس از کوینچ دستگاه لازم می‌شود. منظور از انرژی‌دهی برقراری جریان (از مرتبه بزرگی ۱۰۰ آمپر) در سیم‌پیچ ابررسانای دستگاه است. برای این مهم باید ابتدا محفظه‌های دستگاه تا فشار تقریبی۶-۱۰ میلی بار خلاء شوند. سپس سیم‌پیچ و مخزن هلیوم مایع با تزریق نیتروژن مایع سرد می‌شود و بعد از آن اضافی نیتروژن مایع از مخزن هلیوم مایع خارج می‌شود و هلیوم مایع به درون مخزن هلیوم تزریق می‌شود. فرآیند مکش و دمش (and flush pump) موجب می شود که مخزن هلیوم مایع عاری از نیتروژن شود. سپس به وسیله یک هدایتگر جریان دست‌ساز و به کمک یک کنترل کننده گرمکن دست‌ساز، جریان را در سیم‌پیچ ابررسانای دستگاه برقرار کرده و در انتها بوسیله سیم‌پیچ‌های کمکی میدان مغناطیسی را یکنواخت می‌کنیم.

واژگان کلیدی: دستگاه NMR، کوئنچ، شارژ کردن آهنربا، خلاء، پیش تبرید، ابررسانا

نویسندگان:

۱*. عضو هیات علمی پژوهشکده علوم و فناوری نانو، دانشگاه کاشان، کاشان، ایران.

ایمیل: m.moradi@kashanu.ac.ir
تلفن: ۰۳۱۵۵۹۱۳۲۱۶

*. نویسنده مسئول

۱- مقدمه

این مقاله به فرایند انرژی‌دهی آهنربای دستگاه NMR ۴۰۰ مگاهرتز در دانشگاه کاشان اختصاص دارد که در آغاز دوران شیوع بیماری کرونا در اسفند ماه سال ۱۳۹۸ به علت تعطیل شدن پروازها و عدم تزریق به موقع نیتروژن و هلیوم مایع کوئنچ کرد. کار انرژی‌دهی مجدد به آهنربای این دستگاه توسط متخصصان داخلی انجام شد. در ابتدا لوازم مورد نیاز ساخته شدند و هر کدام به صورت جداگانه در شرایط شبیه‌سازی شده آزمایش شدند و سپس انرژی‌دهی آهنربای دستگاه آغاز شد. این فرآیند در تابستان سال ۱۳۹۹ بعد از چندین ماه مطالعه و کار به سرانجام رسید.

۲- اصول عملکرد دستگاه: تشدید مغناطیسی هسته

تشدید مغناطیسی هسته Nuclear Mangetic Resonance یک پدیده فیزیکی بر اساس اصول مکانیک کوانتمی‌است. هسته‌های برخی عناصر که اسپین غیر صفر دارند مانند یک آهنربای کوچک عمل می‌کنند. به زبان ساده در حضور یک میدان مغناطیسی، این هسته‌ها با میدان مغناطیسی برهم‌کنش کرده و انرژی آن‌ها به دو یا چند تراز کوانتیده شکافته می‌شوند. انتقالات میان این ترازهای می‌تواند با جذب تابش الکترومغناطیسی با بسامد مناسب انجام شود. این بسامد با بزرگی میدان مغناطیسی متناسب است و معمولا در محدوده ی بسامدهای رادیویی قرار دارد. طیف‌بینی NMR هم به منظور کارهای کمی و هم به منظور شناسایی کیفی مولکول‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد. هر چند که بیشترین کاربرد این دستگاه در شناسایی کیفی ترکیبات آلی و زیستی بسیار پیچیده است. اطلاعات مورد نیاز برای این کار از طریق تفسیر طیف NMR هسته‌های مختلف موجود در این ترکیبات (مثلا 1H و 13C) حاصل می‌گردد. میدان مغناطیسی مؤثر در محل یک هسته به میدان مغناطیسی اعمال شده و همچنین چگالی ابر الکترونی اطراف آن هسته ارتباط دارد. بنابر این در یک ترکیب شیمیایی، بسامد تشدید هسته‌های با چگالی الکترونی مختلف، متفاوت است. این بسامد جابجایی شیمیایی نامیده می‌شود. وجود هسته‌های مختلف با جابجایی شیمیایی‌های متفاوت اساس تعیین ساختار ترکیبات شیمیایی به کمک تشدید مغناطیسی است.

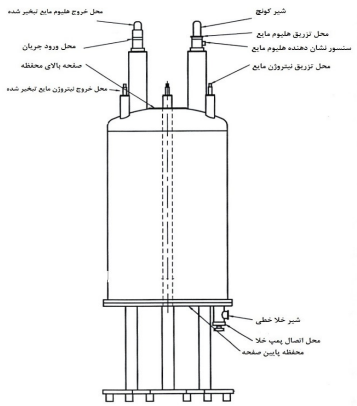
در روش تشدید مغناطیسی موج پیوسته (continuous wave NMR) نمونه درون یک سیم‌پیچ قرار داده می‌شود. عبور یک جریان متناوب با بسامد υ_0 از این سیم‌پیچ، یک میدان مغناطیسی (وابسته به زمان با بسامد υ_0) تولید می‌کند. سپس میدان مغناطیسی دستگاه در یک بازه معین جاروب می شود. با جاروب میدان اختلاف انرژی دو تراز $E=h\upsilon$ (که در آن h ثابت پلانک است) نیز جاروب می‌شود. هنگامی که این اختلاف انرژی برابر با $h\upsilon_0$ باشد پدیده تشدید مغناطیسی رخ می دهد. مانند سایر پدیده‌های تشدید، تشدید مغناطیسی با ظهور یک قله (peak) در سیگنال مشاهده شده همراه است.

با جاروب کردن میدان، تمام هسته‌هایی که جابجایی شیمیایی متفاوتی دارند تشدید کرده و نمودار سیگنال بر حسب میدان (که همان طیف NMR است) ضبط می‌گردد.

تمام هسته‌هایی که جابجایی شیمیایی متفاوتی دارند تشدید کرده و نمودار سیگنال بر حسب میدان (که همان طیف NMR است) ضبط می‌گردد.

۳- دستگاه طیف‌سنجی NMR

دستگاه تشدید مغناطیسی هسته یک مجموعه برای شناسایی مواد است. این مجموعه شامل محفظه تولید میدان مغناطیسی بسیار بزرگ در حدود چند تسلا، تجهیزات الکترونیک برای تولید و دریافت بسامدهای رادیویی و یک رایانه برای پردازش سیگنال است. یکی از قسمت‌های مهم دستگاه، سامانه تولید میدان مغناطیسی است. در این محفظه، یک سیم‌پیچ ابررسانا وجود دارد و این محفظه دارای چندین جداره است. یک محفظه بیرونی که محل نگهداری نیتروژن مایع است. سپس یک جداره خلاء و بعد از آن یک محفظه هلیوم مایع که سیم‌پیچ مولد میدان مغناطیسی درون آن قرار گرفته است. در درونی‌ترین قسمت، یک استوانه دو سر باز که از بالای دستگاه تا پایین دستگاه ادامه دارد و نمونه را به محلی که میدان مغناطیسی یکنواخت داریم هدایت می‌کند. محفظه‌های مختلف و جداره‌های چندلایه و خلاء بین آن‌ها بدان جهت است که مصرف هلیوم مایع به حداقل برسد. برای آن که حداقل تبادل گرمایی را داشته باشد، سیم‌پیچ در وسط دستگاه آویزان است و به همین خاطر است که برای جابجای دستگاه باید از قطعاتی استفاده شود که آهنربا را در جای خود ثابت می‌کند و اگر بدون این اصول آنرا جابجا کنیم، سیم‌پیچ آسیب خواهد دید. شکل ۱ محفظه اصلی دستگاه و متعلقات داخل آن را نشان می‌دهد. شایان ذکر است که نیتروژن مایع و هلیوم مایع تبخیر شده توسط شیلنگ‌های سیلیکونی و یک شیر یک طرفه با حداکثر فشار ۳۰ میلی‌بار از بالاترین نقطه برجک‌ها خارج می‌شوند. محل خروج بخارهای نیتروژن مایع در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱: نمای بیرونی از محفظه اصلی دستگاه.

۲- فرونشست (Quench)

Quench یا فرونشست در اصطلاح به معنای خاموش شدن یا تغییر ناگهانی است و هنگامی رخ می‌دهد که سیم‌پیچ ابررسانا از فاز ابررسانایی خارج شود. فرونشست می‌تواند دلایل مختلفی داشته باشد. معمولا ابتدا قسمتی از سیم‌پیچ از حالت ابررسانا خارج شود (مثلا به دلیل بالاتر بودن دمای آن قسمت از دمای بحرانی گذر فاز). عبور جریان از این قسمت باعث ایجاد گرما می‌شود که باعث بالا رفتن دما و خارج شدن نواحی اطراف از حالت ابررسانایی می‌شود. در اثر فرونشست انرژی ذخیره شده در سیم‌پیچ دستگاه به گرما تبدیل شده که موجب تبخیر سریع هلیوم مایع و تبدیل به گاز هلیوم می‌شود. این حجم بسیار زیاد از گاز از برجک‌های مربوط خارج خواهند شد و یک ابر سفید رنگ در بالای دستگاه تشکیل می‌شود.

۵ - شارژ کردن آهنربا

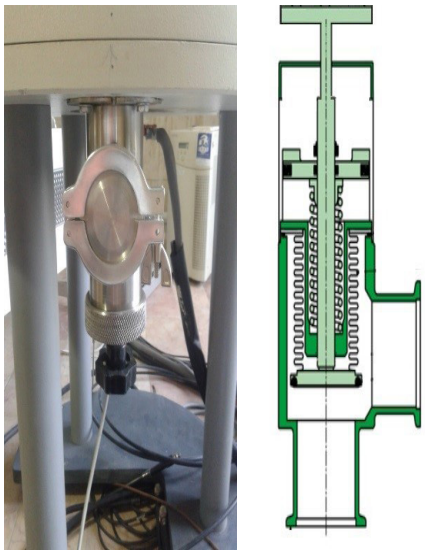
شارژ کردن آهنربا، به معنای برقراری جریان در آن است که بعد از ایجاد خلاء و سرد کردن انجام می‌شود. مرحله سرد کردن سیم‌پیچ (cooling) یا به صورت مختصر سرد کردن نام دارد و برای شارژ کردن آهنربا باید ابتدا سیم‌پیچ را تا رسیدن به فاز ابررسانا سرد کنیم. مرحله بعد از وارد کردن جریان، یکنواخت کردن جریان است که به اصلاح به آن شیم کردن cryo-shim دمای پایین می‌گویند. اولین گام برای شارژ کردن آهنربا خلاء کردن محفظه است.

٦ - نحوه خلاء کردن دستگاه

کلیه فضاهای بین محفظه نیتروژن و جداره خارجی و همچنین فضای بین محفظه نیتروژن و محفظه هلیوم و نیز فضای بین محفظه هلیوم و جداره ی داخلی دستگاه به هم مرتبط هستند و به این معنی است که همه آن‌ها با هم خلاء می‌شوند. به غیر از فضای بین محفظه هلیوم و جداره‌ی داخلی، سایر فضاها با فویل‌های BoPET که با نام تجاری Mylar نیز شناخته می‌شوند پرشده‌اند که وظیفه‌ی آن‌ها بازتاب گرما است تا از ورود گرما به محفظه هلیوم جلوگیری کنند. برای خلاء کردن همه دستگاه تنها به یک شیر خلاء نیاز دارید. این شیر عموما در زیر دستگاه قرار گرفته است. این شیر فقط در دسترس شرکت سازنده است و جزء ملزومات دستگاه نیست. پس در گام اول این شیر ساخته شد. شایان ذکر است ابعاد این شیر برای بیشتر دستگاه‌ها یکسان است.

۷- شیر خلاء در خط In-line vacuum valve

یکی از قسمت‌های مهم برای شارژ کردن آهنربا، شیر خلاء آن است. این شیر به اصطلاحاً شیر خلاء در خط یا In-line vacuum valve نام دارد. برای انکه با نحوه عملکرد این شیر آشنا شوید یک مثال ساده می‌زنیم. فرض کنید شما می‌خواهید یک توپ را باد کنید و بعد از باز کردن آن یک درپوش را دریچه محل باد کردن قرار دهید تا باد درون آن خارج نشود. بدیهی است که هنگامی که فرد دهان خود را از توپ جدا می‌کند، زمانی طول می‌کشد تا بتوانید درپوش را در داخل دریچه توپ قرار دهید و مقدار کمی از باد خارج می‌شود. اما اگر یک سه راهی را فرض کنید که یک طرف آن به توپ متصل باشد و از یک طرف هم فرد در آن بدمد و راه سوم بسته باشد و فقط از آن یک میله خارج شود که به یک کورکن درون سه راهی متصل باشد و بتواند انرا در داخل سه راهی به عقب و جلو ببرد، فرد می‌تواند توپ را تا حد دلخواه باد کنید و سپس با فشار دادن کورکن، ورودی به توپ را بدون از دست دادن باد کور کند. حال همین اتفاق برای انتهای محفظه خلاء می‌افتد. در دستگاه‌های جدید کل محفظه به شیر متصل نیست اما در نمونه‌های قدیمی دستگاه‌های NMR یک شیر همواره بر روی دستگاه متصل است. شمایی از این شیر را در شکل ۲ می‌بینید.

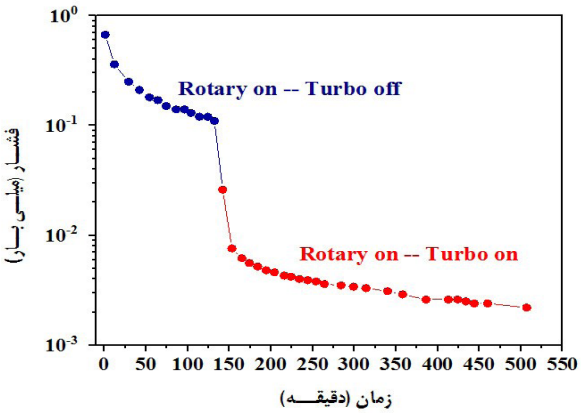


شکل ۲: شکل شماتیک شیر خلاء در خط (راست)، شیر ساخته شده و متصل شده به انتهای دستگاه (چپ).

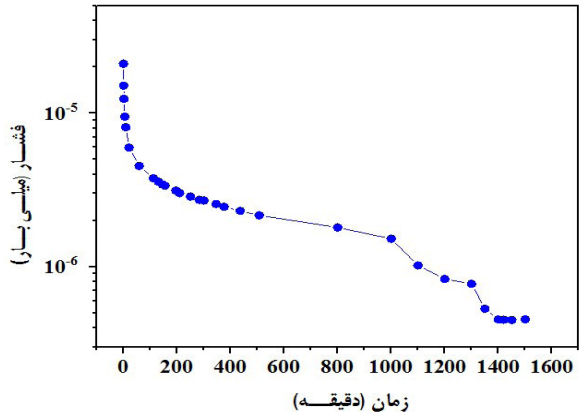
برای خلاء کردن ابتدا اورینگ درپوش شیر in-line را کمی‌گریس مخصوص خلاء می‌زنیم و سپس آن را در جای خود قرار داده و شیر in-line را به دستگاه متصل می‌کنیم. در مرحله‌ی بعد سر دیگر شیر in-line را به یک سه راهی متصل می‌کنیم. از دو سر باقی مانده سه راهی یکی را به سنجه میزان خلاء vacuum gauge وصل کرده و سر دیگر به پمپ خلاء متصل می‌شود. در اغلب دستگاه‌های NMR به خلاءهایی از مرتبه 10^{-6} میلی‌بار نیاز داریم. برای تولید چنین خلاءای به یک پمپ توربومولکولی یا به طور ساده توربو پمپ (pump Turbomolecular) احتیاج داریم. البته امکان استفاده از پمپ‌های نفوذی (Dffiusion pump) در صورت رعایت نکات مربوط به جلوگیری از آلودگی روغن نیز وجود دارد. از آنجایی که فشار دهانه خروجی توربو پمپ باید پایین باشد، توربو پمپ به صورت ترکیب به کار می‌رود. یعنی هر پمپ خلا بالا با یک پمپ خلا متوسط پشتیبانی می‌شود. پمپ خلا بالا، مولکول‌های هوا را به پشت خود منتقل می‌کند و پمپ خلا متوسط، آنها را به هوای آزاد منتقل می‌کند.

شکل ۳: اتصال پمپ توربو و فشار سنج به شیر بر خط و دستگاه به کمک سه راهی

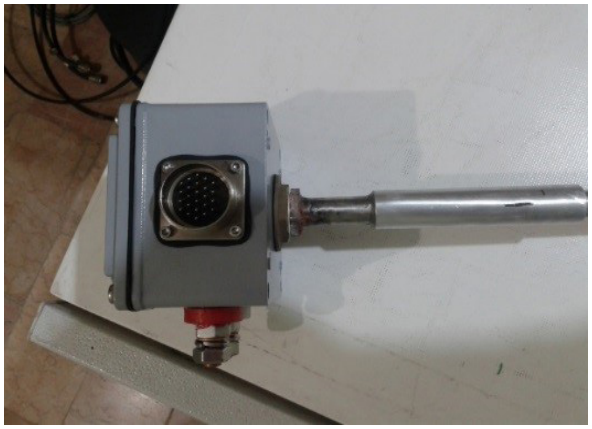
یک توربو پمپ معمولا با یک پمپ چرخشی (rotary vane pump) حمایت می‌شود، یعنی خروجی پمپ توربو به ورودی یک پمپ چرخشی وصل می‌شود تا مولکول‌هایی که توسط پمپ توربو به دام می‌افتند را به خارج منتقل کند و ادامه کار پمپ توربو را تضمین کند. در فرآیند خلاء کردن، یک عدد پمپ توربو برای رسیدن به خلاء ۵×۱۰^{-۶} میلی‌بار استفاده شد. بدیهی است این پمپ توربو باید با یک پمپ چرخشی پشتیبانی شود که یک پمپ با سرعت ۲۸ متر مکعب بر ساعت گزینه مناسبی است. برای پمپ توربو هم یک عدد پمپ با سرعت تخلیه ۲۰۰ متر مکعب بر ثانیه و دهانه ۱۰۰ میلیمتر بسیار مناسب است که بتوان در حدود ۴۸ ساعت محفظه را به خلاء لازم رساند. در ابتدا از یک پمپ توربو با دهانه ۶۳ میلیمتر استفاده شده ولی زمان رسیدن به خلاء پایین طولانی بود. شکل ٤ فشار محفظه را بر حسب زمان برای حالتی که فقط پمپ روتاری روشن است و هنگامی که که پمپ روتاری و توربو هر دو روشن هستند را نشان می‌دهد.



شکل ٤: فشار محفظه بر حسب زمان برای حالتی که فقط پمپ روتاری روشن است و هنگامی که که پمپ روتاری و توربو هر دو روشن هستند



شکل ۵: نمودار فشار بر حسب زمان در مدت ٦٢ ساعت بعد از شروع به فرایند خلا در مرحله دوم



شکل ٦: شماتیکی از قسمت بالایی هدایتگر جریان ساخته شده

۸ – هدایتگر جریان

تنها راه دسترسی به سیم‌پیچ از طریق هدایتگر جریان است. بنابریان تست عملکرد این قطعه دست‌ساز از اهمیت ویژه ای برخوردار است. این قطعه باید جریان حدود ۱۰۰ آمپری را به درون سیم‌پیچ هدایت کند. همچنین جریان لازم برای باز و بسته کردن کلیدهای سیم‌پیچ اصلی و سیم‌پیچ‌های شیم از طریق این قطعه و با یک جفت اتصال (قابل جدا شدن) نر و ماده منتقل می‌شوند. قسمت نر این اتصال در انتهای هدایتگر جریان و قسمت ماده آن در بازوی داخلی محفظه هلیوم مایع قرار دارد. به منظور تست عملکرد آن از آنجا که تست در هلیوم مایع امکان‌پذیر نبود، تست در دمای بالاتر یعنی در دمای نیتروژن مایع انجام شد. برای اطمینان از عملکرد درست هدایتگر جریان ۱۲۰ آمپر به مدت حدود یک ساعت از آن عبور داده شد. خوشبختانه هدایتگر جریان ساخته شده از این ازمایش سر بلند بیرون آمد و فقط کمی گرم شده بود. مساله دیگر هوابندی شدن هدایتگر جریان است. مساله هوابندی سیستم مجددا آزموده شد. سیستم باید در هنگامی که فرآیند مکش در حال انجام است (هنگامی که گاز موجود در محفظه هلیوم در حال تخلیه است) چه وقتی که درپوش برج‌ها بسته است و چه در حالتی که لوله پیش‌سرمایش یا

هدایتگر جریان در آن قرار گرفته است نشت هوا نداشته باشد. در غیر این صورت هوا و بخار محیط وارد محفظه می‌شود که موجب یخ زدگی و مشکلات بعدی می‌گردد.

۹- پیش سرمایش

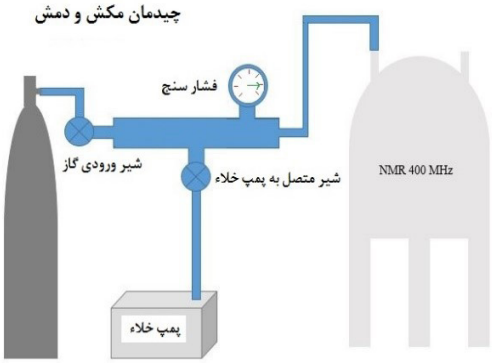
سیم‌پیچ دستگاه و همچنین محفظه اطراف آن جرم بسیار زیادی دارند و از طرف دیگر قبل از انرژی‌دهی، این قطعات بایستی که تا دمای هلیوم مایع سرد شوند. برای صرفه جویی در مصرف هلیوم مایع سیم‌پیچ و مخزن هلیوم مایع ابتدا از دمای اتاق تا دمای نیتروژن مایع به وسیله نیتروژن مایع سرد می‌شوند. این فرآیند پیش‌سرمایش نام دارد. سپس مقدار اضافی نیتروژن مایع باقی مانده در محفظه خارج شده و با استفاده از هلیوم مایع، سیم‌پیچ و محفظه تا دمای هلیوم مایع سرد می‌گردند. برای برخی از انواع آهنرباها پیش سرمایش با تزریق مستیم نیتروژن مایع در محفظه هلیوم مایع انجام می‌شود. در این صورت نیتروژن مایع در تماس مستقیم با آهنربای ابررسانا قرار می‌گیرد. بسته به مشخصات آهنربا، در برخی موارد این تماس مستقیم می‌تواند مشکل‌ساز باشد. در این گونه موارد برای پیش‌سرمایش نیتروژن مایع از درون یک مبدل گرمایی که در مخزن هلیوم مایع قرار داده شده است عبور داده می‌شود و باعث سرد شدن آهنربا می‌گردد. این روش به زمان بیشتری نسبت به روش اول نیاز دارد. برای اطلاع از روش مناسب برای پیش‌سرمایش هر آهنربا به کتابچه راهنمای آهنربا مراجعه کنید. حال به شرح روش پیش‌سرمایش اول می‌پردازیم.

قبل از شروع پیش سرمایش لازم است هوای موجود در مخزن هلیوم مایع با گاز نیتروژن تعویض گردد. همچنین بهتر است که هوای موجود در مخزن نیروژن مایع نیز با گاز نیتروژن تعویض گردد. این کار با فرآند مکش و دمش که در بخش بعدی توضیح داده شده است انجام می‌شود.

در آغاز پیش‌سرمایش، شیر یکطرفه از خروجی مخزن هلیوم جدا شد تا نیتروژن مایع بتواند راحت تر وارد سیستم شود. فرایند تزریق نیتروژن مایع بایستی بسیار آهسته باشد تا از بروز اختلاف دمای زیاد در آهنربا جلوگیری شود. به دلیل دما و جرم بالای آهنربا در آغاز این فرآیند تمام نیروژن مایع تزریق شده به مخزن بلافاصله تبخیر می‌شود. سرعت تزریق نیتروژن مایع باید به گونه‌ای تنظیم شود که میعان نیتروژن مایع درون مخزن زودتر از چهار ساعت بعد از شروع فرآیند انجام نگیرد. همچنین باید توجه داشت که بعد از فرآیند پیش‌سرمایش تمام نیتروژن مایع باقی مانده در مخزن، بایستی پیش از تزریق هلیوم مایع خارج گردد. بنابر این بهتر است که بیش از اندازه نیتروژن مایع تزریق نگردد. با ادامه فرآیند پیش‌سرمایش آهنربا سرد می‌شود تا جایی که نیتروژن مایع کف مخزن قرار گرفته و بلافاصله تبخیر نمی‌شود. کار را تا باقی ماندن حدود ۱۰ سانتی متر نیتروژن مایع در کف مخزن هلیوم مایع ادامه می‌دهیم. به دلیل آنکه فرآیند سرد شدن تمام آهنربا آهسته است یک شب صبر می‌کنیم تا تمام قسمت‌های آهنربا سرد شوند. توجه داشته باشید هنگامی که آهنربا سرد است، برای باز کردن مخزن هلیوم باید با تزریق یک گاز یک اضافه فشار در مخزن ایجاد کنیم تا از ورود هوا به مخزن هلیوم مایع و مشکلات متعاقب آن جلوگیری کنیم بعد از گذشت حدود ۱۲ ساعت، یعنی صبح روز بعد به محفظه هلیوم مایع بوسیله گاز آرگون فشار مثبت داده شد تا بتوانیم نیتروژن مایع درون انرا خارج کنیم. درب ستون سمت چپ باز شد. شایان ذکر است در کل مقاله سمت راست و چپ در حالتی در نظر گرفته شده است که فرد مقابل ارم حک شده بر روی محفظه دستگاه ایستاده باشد. در مرحله بعد اتصال کوتاه اصلی خارج شد. دستگاه شامل دو اتصال کوتاه است و عملکرد هر دو تقریبا یکسان است. اتصال کوتاهی که در برجک سمت چپ وارد می‌شود و انتهای سیم‌پیچ را به هم متصل می‌کند را اتصال کوتاه اصلی می‌نامند و اتصال کوتاه دیگر را که به طور موقت از برجک سمت راست دستگاه وارد می‌شود و به سر دیگر سیم‌پیچ متصل می‌شود را اتصال کوتاه کمکی گویند. اتصال کوتاه اصلی در اتمام کار شارژ آهنربا در مدار ثابت می‌ماند ولی اتصال کوتاه کمکی به طور موقت در هنگام جابجا شدن هدایتگر جریان و اتصال کوتاه اصلی از سیم‌پیچ حفاظت می‌کند. در ادامه هدایتگر جریان را وارد کرده و مقاومت هر دو حسگر PT ۱۰۰ که در بالا و پایین سیم‌پیچ اصلی قرار دارند در حدود مقاومت ۵۱/۷ اهم اندازه‌گیری شد. با استفاده از جدول موجود در کتابچه راهنمای آهنربا این مقاومت معادل دمایی در حدود ۱۵۰ کلوین است.

۱۰- فرایند مکش و دمش Pump and Flush

فرایند مکش و دمش به معنی خلا کردن یک محفظه و سپس شکستن خلا با وارد کردن یک گاز است. در ادامه فشار گاز را افزیش می دهیم تا محفظه پر از گاز مورد نظر شود. این فرایند اگر چندین بار تکرار شود می‌توان اطمینان حاصل کرد که محفظه مورد نظر عاری از هر گونه الودگی است و وجود سایر مولکول گازها است. برای شارژ کردن یک آهنربا، فرایند مکش و دمش سه بار انجام می شود. بهتر است یکبار برای محفظه نیتروژن مایع با گاز نیتروژن با درجه خلوص ۵ یعنی خلوص ۹۹/۹۹۹ قبل از تزریق نیتروژن مایع نیز انجام می شود. یکبار هم مشابه آن برای محفظه هلیوم مایع پیش از ورود نیتروژن مایع به درون آن انجام می شود و بار آخر هم با گاز هلیوم با درجه خلوص ۵ بعد از خارج کردن نیتروژن مایع از محفظه هلیوم مایع و تزریق هلیوم مایع انجام می شود. مکش و دمش در آخرین مرحله از اهمیت ویژه ای برخوردار است زیرا موجب می شود هیچ نیتروژن مایعی در محفظه هلیوم مایع باقی نماند.



شکل ۷: سیستم مکش و دمش

شکل ۸: مخزن هلیوم مایع

۱۱- تزریق هلیوم مایع

بعد از اطمینان از خروج تمام نیتروژن مایع باقی مانده در مخزن هلیوم مایع دستگاه نوبت به تزریق هلیوم مایع می‌رسد. همانند فرآیند پیش سرمایش، تزریق هلیوم مایع باید بسیار آهسته انجام شود تا از تغییرات شدید دمایی در درون آهنربا جلوگیری شود. همچنین در ابتدای فرآیند تمام هلیوم مایع تزریق شده به سرعت تبخیر می‌شود و از برجک‌ها خارج می‌گردد. علامت اصلی شروع میعان هلیوم داخل محفظه کاهش شدید شار خروجی از برجک‌ها است. بعد از شروع میعان مخزن هلیوم مایع کم کم پر می‌شود. در دستگاه یک حسگر برای اندازه‌گیری سطح هلیوم مایع وجود دارد. این حسگر در واقع یک سیم ابررسانا است، که تنها آن بخش از حسگر که داخل هلیوم مایع قرار دارد در فاز ابررسانایی قرار دارد و باقی مانده آن ابررسانا نیست. بنابراین اندازه گیری مقاومت کل این سیم معیاری از سطح هلیوم مایع به دست می‌دهد. هر چه مقاومت کمتر باشد به معنای این است که سطح هلیوم مایع بالاتر است. توجه داشته باشید که هنگام میعان هلیوم ممکن است از حسگر عددی غیر از صفر را نشان دهد. بعد از تزریق هلیوم مایع می‌بایست حداقل یک شب صبر کرد تا تمامی قسمت‌های درونی آهنربا سرد گردند. این زمان برای آهنرباهای بزرگتر طولانی‌تر است. توجه داشته باشید که در این مدت به دلیل گرم بودن سیم‌پیچ نرخ تبخیر هلیوم بیشتر از حالت معمول دستگاه است.

۱۲- ایجاد جریان در سیم پیچ ابرسانا

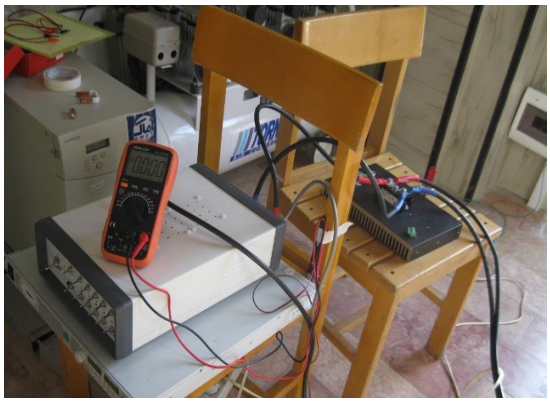
در فرآیند انرژی‌دهی به دستگاه (شارژ)، ابتدا خود آهنربا شارژ و سپس cryo-shimها شارژ می‌شوند. برای شارژ خود آهنربا هدایتگر جریان به منبع تغذیه متصل شده و وارد بازوی سمت چپ دستگاه (دید از روبرو) می‌شود. قبل از شارژ کردن باید از سلامت کلیه قسمت‌ها و همچنین اتصال صحیح آن‌ها اطمینان حاصل کنید. برای این منظور بعد از قرار دادن هدایتگر جریان در محل خود بدون روشن کردن گرمکن (heater) قطع مدار، در مدار آهنربای اصلی و همچنین cryo-shimها جریان برقرار کنید تا از عدم وجود قطعی در مدارشان مطمئن شوید. با روشن کردن هیتر های قطع مدار ابررسانا و اعمال ولتاژ sense می‌توانید کار انرژی دهی را شروع کنید. آهنگ افزایش جریان برای هر آهنربا متفاوت است و مقادیر مربوط در دفترچه راهنمای آن نوشته شده اند. به طور کلی در جریان های پایین آهنگ افزایش جریان و ولتاژ sense بیشتر است.

نکته: بین سیم‌پیچ اصلی و سیم‌پیچ های z و z^2 اثر القای قوی برقرار است. بنابراین هنگام شارژ و یا دشارژ کردن سیم‌پیچ اصلی باید گرمکن مربوط به آن‌ها روشن باشد تا از عبور جریان در آن‌ها جلوگیری کند. معمولا در هنگام کار گرمکن مربوط به z و z^2 به طور دائم روشن نگاه داشته می‌شود و گرمکن بقیه شیم‌ها به طور چرخه‌ای خاموش و روشن می‌شود تا اگر جریانی در اثر القا در آنها برقرار شده است از بین برود.

نکته: هنگامی‌که در سیم‌پیچ ابررسانا جریان برقرار می‌کنید، تنش زیادی به بدنه‌ی آهنربا وارد می‌شود و شکل آن را کمی‌تغییر می‌دهد. برای حصول همگنی‌های بهتر بعد رسیدن به جریان مورد نظر باید کمی‌فراتر رفته و برای مدتی (حدود ۱۰ دقیقه) جریان را در مقداری بالاتر از مقدار نهایی نگه دارید. سپس دوباره جریان را کم کنید تا به مقدار مورد نظر برسید.

نکته: بعد شارژ آهنربای اصلی نباید بلافاصله cryo-shimها شارژ کنید، بلکه بایستی مدتی (بسته به بزرگی آهنربا تا چند روز) صبر کنید. زیرا همان طور که گفته شد آهنربا بعد از شارژ شدن نیز کمی‌تغییر شکل می‌دهد. همچنین هنگام تنظیم کردن cryo-shimها اگر جریان نهایی که برای آن میدان بهینه است معلوم باشد، بهتر است جریان را در آن‌ها تا منفی جریان نهایی افزایش

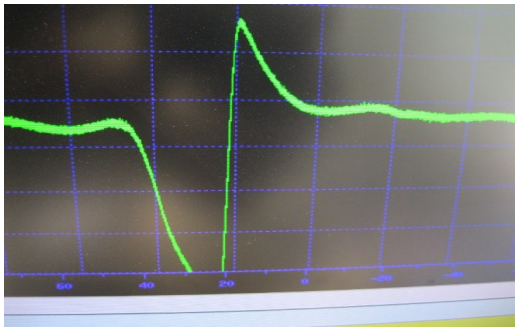
دهید،کمی‌صبر کرده و سپس جریان را به صفر رسانده و در جهت مثبت تا مقدار نهایی افزایش دهید، دوباره کمی‌درنگ کرده و سپس جریان را به صفر برسانید. بعد ازآنکه این کار را برای تمام shimها انجام دادید جریان نهایی را برقرار کنید. این کار باعث افزایش همگنی میدان می‌گردد، زیرا cryo-shim ها نیز مانند آهنربای اصلی با برقراری جریان تغییر شکل می‌دهند و این کار باعث می‌شود که جریان در آن‌ها بعد از تغییر شکل برقرار شده و بنابر این میدان همگن‌تری به دست می‌آید.



شکل ۱۰: منبع تغذیه، کنترل کننده گرمکن و دیود اضطراری کمکی

۱۳- دیود اضطراری و نحوه عملکرد آن

اصولا همه آهنرباهای ابررسانا در مقابل فرونشست به یک دیود اضطراری مجهز هستند، که درون دستگاه قرار دارد. هنگام شروع فرونشست بخش کوچکی از سیم‌پیچ از حالت ابررسانایی خارج می‌شود و به یک مقاومت معمولی تبدیل می‌شود. به دلیل عبور جریان بسیار زیاد از این مقاومت، گرمای زیادی ایجاد شده و باعث می‌شود تا بقیه قسمت‌های سیم‌پیچ نیز به علت افزایش دما، از حالت ابررسانایی خارج شوند و این فرآیند آبشاروار ادامه می‌یابد. ایجاد این مقدار گرما در تمامی قسمت‌های آهنربا به طور بالقوه می‌تواند مشکل آفرین باشد، اما کلید آهنربا (همان قسمت که به وسیله گرمکن سرد و گرم شده تا مدار ابررسانا را بسته و باز کند) در مقابل این گرما بسیار آسیب‌پذیرتر است. زیرا که این کلید بسیار نازک است و به گونه‌ای طراحی شده است که افزایش دما در آن به راحتی صورت پذیرد. بنابر این عبور جریان بالا از کلیدی که در حالت ابررسانا قرار ندارد به آن آسیب می‌زند. برای جلوگیری از این اتفاق یک دیود به طور موازی با کلید قرار داده می‌شود. در این حالت هنگامی‌که گرمکن خاموش است و کلید بسته است و در حالت ابررسانا قرار دارد، ولتاژ بین دو سر دیود صفر است و بنابراین جریانی از دیود عبور نمی‌کند. اما اگر هنگامی‌که کلید در حالت ابررسانایی قرار ندارد (هنگامی که فرونشست از خود کلید آغاز شده و یا بعد از انتشار به کلید رسیده است) یک ولتاژ بین دو سر دیود ایجاد می‌شود که باعث روشن شدن دیود می‌شود. در این حالت جریان به جای عبور از کلید که الان به یک مقاومت معمولی تبدیل شده است از دیود عبور خواهد کرد. این دیدیود اظطرای درون دستگاه قرار دارد و مادامی که قطبیت جریان عوض نشده باشد از کلید دستگاه محافظت می‌کند. هنگام انرژی‌دهی از یک دیود اظطراری کمکی نیز استفاده می‌شود که در خارج از دستگاه قرار می‌گیرد (شکل ۱۱). این دیود به طور موازی با منبع تغذیه قرار می‌گیرد و مادامی که مسیر عبور جریان از منبع تغذیه و آهنربا باز باشد خاموش خواهد ماند. تنها هنگامی که این مسیر به هر دلیل قطع شود (مثلا هنگامی که منبع تغذیه دچار مشکل شود و یا سهوا از مدار جدا گردد) این دیود روشن شده و مسیر عبور جریان را باز نگه می‌دارد. البته همین نقش توسط دیود اظطراری اصلی نیز ایفا می‌گردد و استفاده از این دیود جنبه احتیاطی دارد. کارکرد دیگر این دیود هنگام دشارژ دستگاه است. هنگامی که جریان سیم‌پیچ از حد معینی کمتر باشد می توان انرژی آهنربا در این دیود تخلیه کرد که این کار باعث تسریع فرآیند دشارژ آهنربا می‌گردد. ذکر این نکته ضروری است که آنچه که در مورد محافظت در برابر فرونشست در اینجا گفته شد مربوط به دستگاه مورد بحث در این مقاله است. محافظت در بابر فرونشست در آهنرباهای ساخت شرکت‌های مختلف و هچنین آهنرباهایی که انرژی زیادتری در میدان مغناطیسی آن‌ها ذخیره شده است (مثلا آهنربای دستگاه‌های MRI) می‌تواند متفاوت باشد.



.شکل ۱۲: سیگنال دستگاه

افزایش جریان را تا جایی ادامه می‌دهیم که سیگنال NMR هیدروژن را در فرکانس نامی دستگاه (۱۳/٤٠٠مگاهرتز در این مورد) بر روی صفحه نمایشگر مشاهده کنیم (شکل۱۲). سپس با استفاده از مقادیر گزارش شده در دفترچه راهنمای دستگاه برای جریان cryo-shimها و با کمک شکل سیگنال مشاهده شده، جریان cryo-shimها برقرار شده آهنربا شیم می شود. توجه کنید که cryo-shimها نیز سیم‌پیچ ابررسانا هستند و اصول برقراری جریان درون آن‌ها نیز کم و بیش مشابه سیم‌پیچ اصلی است.

۱٤- منابع

[۱] دفترچه راهنمای دستگاه NMR٤٠٠ مگاهرتز شرکت بروکر

[۲] دفترچه راهنمای دستگاه NMR٥٠٠ مگاهرتز نسخه ٥ شرکت بروکر

[۳] دفترچه راهنمای دستگاه NMR٧٠٠ مگاهرتز نسخه ٦ شرکت بروکر

University of Maragheh

Journal of New Approaches in Iranian Scientific Laboratories

ILRS
Iranian Laboratory Research Society

Charging the magnet of 400 MHz NMR instrument

Mehrdad Moradi[1*]

Article Info:

NAISL
Volume 5, Number 2, 2021
Pages: 15-22
Print ISSN: 2588-6401
Online ISSN: 2588-641X
Website: shaajournal.msrt.ir
Date Received: 2021/04/14
Acceptance date: 2022/01/10
Online publishing: 2022/08/17

Mehrdad Moradi

Abstract

This article provides a brief overview of how to charge a 400 MHz NMR magnet. Charging is required when the device is first installed or after quenching. That is to establish a current (in the order of 100 A) in the superconducting coil of the device to achieve a magnetic field of 9.4 Tesla. For this purpose, the device chamber must first be vacuumed. The coil is then pre-cooled with liquid nitrogen, and finally is cooled down to liquid helium temperature. At the end, the current is slowly ramped up into the superconducting coil until a magnetic field of 9.4 Tesla is achieved. Afterwards, by establishing suitable currents in the cryo-shim coils, the magnet is shimmed.

Key Words: **NMR device, quench, magnet charging, vacuum, pre-cooling, superconductor.**

Authors:
1*. Associate professor, Institute of Nanoscience and Nanotechnology, University of Kashan, Kashan, Iran.
E-mail: m.moradi@kashanu.ac.ir
Tel: 03155913216

*.Corresponding author