

УДК 53.083.2+538.941

ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ КВАРЦЕВОГО РЕЗОНАТОРА КАМЕРТОННОГО ТИПА В КАЧЕСТВЕ ТЕРМОМЕТРА В РЕФРИЖЕРАТОРЕ РАСТВОРЕНИЯ

© 2011 г. С. Т. Болдарев, Р. Б. Гусев, С. И. Данилин, А. Я. Паршин*

Институт физических проблем им. П.Л. Капицы РАН

Россия, 119334, Москва, ул. Косыгина, 2

**Московский физико-технический институт*

Россия, 141700, Долгопрудный Московской обл., Институтский пер., 5

Поступила в редакцию 04.04.2011 г.

Измерены температурные зависимости резонансной частоты и ширины резонанса кварцевого резонатора камертонного типа, расположенного непосредственно в камере растворения рефрижератора, с целью проверки возможности его использования в качестве вторичного термометра в таких условиях. Измерения были проведены как в верхней, так и в нижней фазе расслоившегося раствора ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ в области температур 15–350 мК. Полученные зависимости говорят о том, что параметры резонаторов зависят не только от температуры, что делает проблематичным их использование для термометрии в камере растворения криостата.

ВВЕДЕНИЕ

При исследовании свойств жидких ${}^3\text{He}$ и ${}^4\text{He}$ и также их растворов широкое применение находят кварцевые камертоны – quartz tuning fork (рис. 1). Они серийно производятся для получения стандартов частоты в электронике и коммерчески доступны в виде, почти готовом для использования в низкотемпературных приложениях: нужно будет только вскрыть вакуумную металлическую оболочку либо полностью удалить ее. Кварцевые резонаторы просты при монтаже. В чистых ${}^3\text{He}$,

${}^4\text{He}$ и в слабых растворах ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ их используют в качестве быстрых и точных детекторов температуры и давления. Главным достоинством кварцевых камертонов по сравнению с термометрами сопротивления является их нечувствительность к электромагнитным наводкам.

Особенности работы кварцевых камертонов в чистых ${}^3\text{He}$ и ${}^4\text{He}$, а также в слабых растворах ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ ранее исследованы в [1–3]. Параметры резонатора зависят от свойств окружающей среды, в основном от вязкости η и плотности ρ . Ширина резонанса пропорциональна величине $\rho\delta$, где $\delta =$

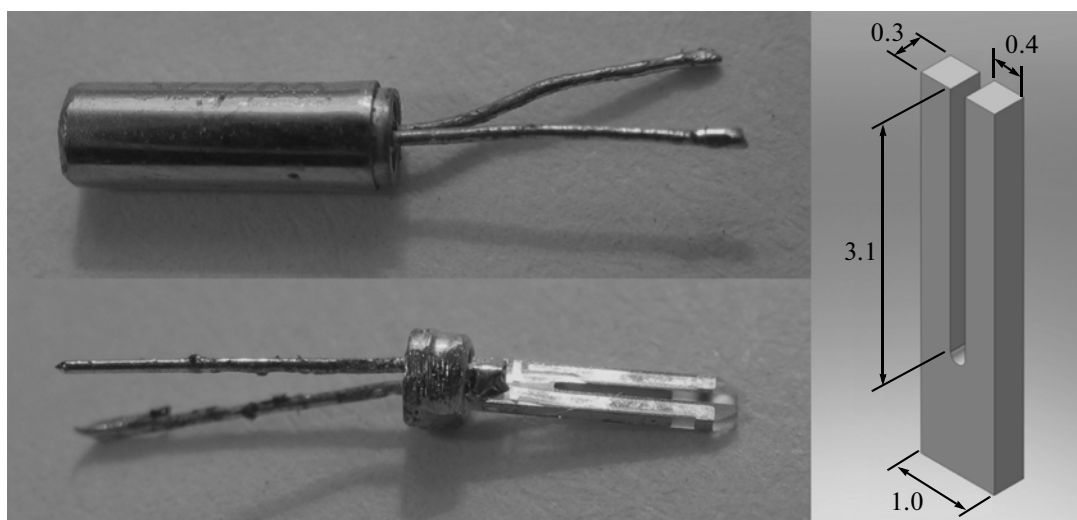


Рис. 1. Кварцевый камертон в металлической оболочке и без нее; справа приведены размеры камертона, использованного в экспериментах.

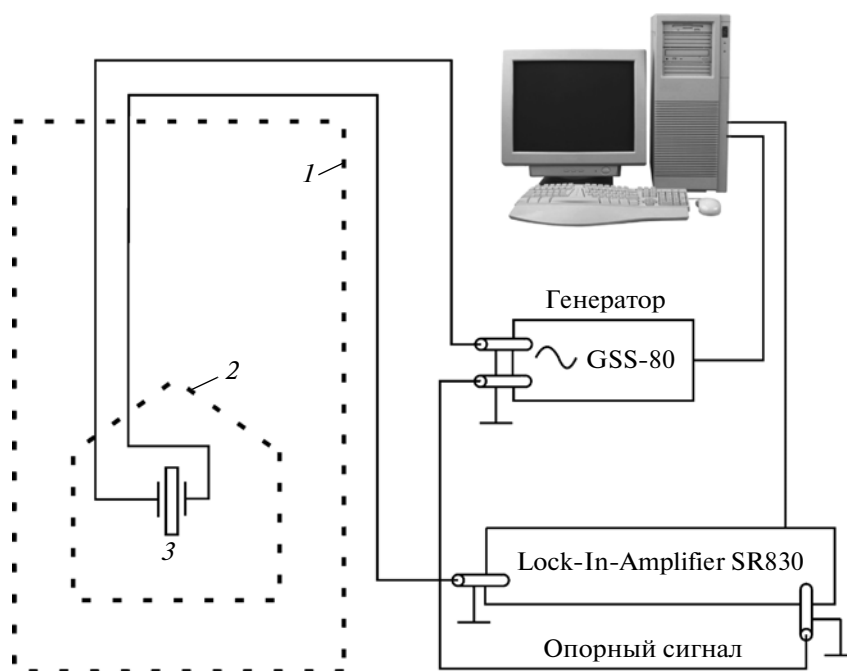


Рис. 2. Схема измерений. 1 – вакуумная рубашка; 2 – камера растворения; 3 – кварцевый камертон.

$= \sqrt{2\eta/\rho\omega}$ – вязкая глубина проникновения, а сдвиг резонансной частоты – присоединенной массе жидкости, зависящей от ее плотности, геометрии резонатора и глубины проникновения [1]. В работе [1] отмечается, что температурные зависимости резонансных параметров и ширины резонансных кривых для кварцевых камертонов в вакууме, принадлежащих к одной и той же серии, могут заметно отличаться друг от друга. По этой причине необходимо проводить калибровку каждого конкретного кварцевого камертона, после чего его можно использовать как датчик давления или вторичный термометр. Сильная зависимость вязкости чистого ^3He и растворов ^3He в ^4He от температуры ниже 100 мК обеспечивает достаточную чувствительность такого термометра.

Технически удобно расположить кварцевый камертон непосредственно в камере растворения рефрижератора, потому что это не требует изготовления дополнительных ячеек, заполненных гелием. Однако только в работе [1] кварцевый камертон был использован как сенсор в камере растворения. В этой работе приводится график зависимости ширины резонанса такого кварцевого камертона от времени в течение процесса охлаждения криостата, но какой-либо анализ этих данных отсутствует. В связи с этим представляется интересным проверить возможность использования кварцевого камертона как вторичного термометра, расположенного непосредственно в камере растворения рефрижератора, что и представляло цель данной работы.

Были проведены две серии экспериментов. В первой из них кварцевый камертон располагался в верхней (концентрированной) фазе расслоившегося раствора в камере растворения криостата, во второй – в нижней (разбавленной) фазе.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Измерительная схема представлена на рис. 2. При помощи фазочувствительного детектора – ф.д. (Lock-In-Amplifier SR830) измерялись компоненты тока, текущего через кварцевый камертон (ортогональная I_d и синфазная I_a). Возбуждающее напряжение подавалось от генератора GSS-80, который также задавал сигнал синхронизации для ф.д.

При расположении камертона в нижней фазе перед ф.д. был установлен предусилитель SR570, преобразующий ток в напряжение. Ф.д. был настроен для работы в потенциальном режиме и измерял напряжение на выходе предусилителя. Предусилитель располагался вблизи капли криостата. Это делало эффективную длину измерительной линии от кварцевого камертона до ф.д. максимально короткой, что уменьшало потери в этой линии и позволяло увеличить добротность.

От криостата до генератора и ф.д. сигналы передавались по 50-омным коаксиальным кабелям. На вакуумной рубашке имелся фланец с двумя герметичными вводами. От этих вводов до капли криостата измерительная линия была выполнена тонкими коаксиальными кабелями РК-50-0.6-23,

размещенными непосредственно в жидком гелии. Для герметизации разъемов использовалась эпоксидная смола. Внутри вакуумной рубашки для уменьшения паразитной емкости измерительная линия была изготовлена из двух сверхпроводящих проволок (диаметр ~0.1 мм), приклеенных клеем БФ-2 на расстоянии ~3 мм друг от друга к полоске из папиросной бумаги шириной ~5 мм. Длина получившейся ленточки ~30 см, ее емкость составляет ~4.8 пФ, сопротивление каждой из проволочек в ленточке при комнатной температуре ~11.5 Ом.

В описываемом случае компоненты тока можно представить в виде

$$I_d = \frac{I_0}{2} \frac{\frac{\Delta f}{2} \cos \varphi + (f - f_0) \sin \varphi}{\left(\frac{\Delta f}{2}\right)^2 + (f - f_0)^2}, \quad (1)$$

$$I_a = \frac{I_0}{2} \frac{\frac{\Delta f}{2} \sin \varphi - (f - f_0) \cos \varphi}{\left(\frac{\Delta f}{2}\right)^2 + (f - f_0)^2}, \quad (2)$$

где I_0 – размерная постоянная; Δf – ширина кривой поглощения, f_0 – резонансная частота; φ – набег фазы в измерительной линии. Если в выражениях (1), (2) положить $\varphi = 90^\circ$, то резонансные кривые при условии $\Delta f \ll f_0$ приобретают обычную лоренцеву форму.

Резонансная частота и ширина резонанса определялись двумя способами. В первом измерялись зависимости ортогональной и синфазной компонент тока от частоты. Типичное время, необходимое для такого измерения, составляло не менее 10–30 мин, что представляет существенное неудобство. Во втором способе проводилась запись тех же компонент тока от времени при фиксированной частоте возбуждения, близкой к резонансной. Зная значения компонент тока, измеренные на одной частоте, и предполагая, что резонансные кривые имеют лоренцеву форму, можно из выражений (1), (2) определить резонансную частоту и ширину резонанса. Это дает возможность получить практически непрерывную (временной интервал между последовательными измерениями составлял около 2 с) зависимость резонансных параметров кварцевого камертона от времени в течение работы криостата растворения.

На рис. 3 показано расположение измерительных элементов внутри камеры растворения. Кварцевый камертон 1 с удаленным металлическим чехлом показан в положении, использовавшемся в первой серии экспериментов (вертикальная ориентация ножек камертона в верхней части камеры). Во второй серии камертон располагался горизонтально на высоте 7–8 мм от верхнего края теплообменника 4. Кроме кварцевого камертона в

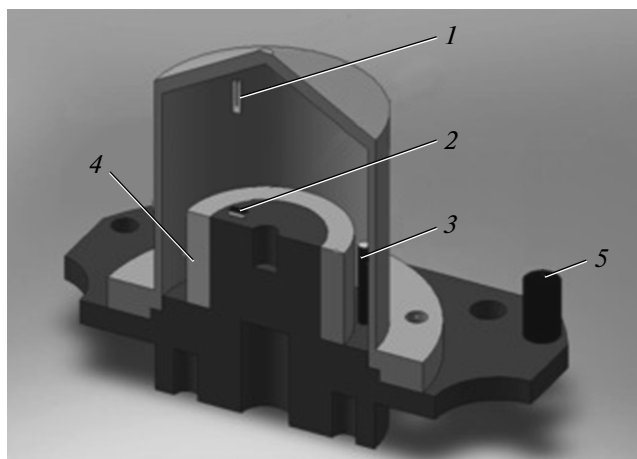


Рис. 3. Камера растворения криостата. 1 – кварцевый камертон; 2 – термометр сопротивления; 3 – внутренний нагреватель; 4 – теплообменник из спеченного серебра; 5 – наружный нагреватель.

камере растворения рефрижератора были расположены термометр сопротивления 2 из RuO_2 и нагреватель 3. Еще один нагреватель (5) располагался снаружи камеры растворения на медной пластине ее основания. Оба нагревателя были изготовлены из манганиновой проволоки ($R \approx 100$ Ом).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В двух сериях экспериментов использовались два разных камертона из одной и той же партии. Измеренные в вакууме при температуре $T \approx 11.4$ К значения ширины резонансной кривой и резонансной частоты для камертона, который использовался в концентрированной фазе, составляют соответственно $\Delta f \approx 0.4$ Гц и $f_0 \approx 32702$ Гц. При работе в разбавленной фазе использовался камертон, ширина резонансной линии которого, измеренная в вакууме при температуре $T \approx 4.8$ К без использования предусилителя, составляет ~0.37 Гц, с предусилителем ~0.06 Гц. Резонансная частота для этого камертона $f_0 \approx 32709$ Гц.

Мощность, выделяемая камертоном в жидком гелии, при амплитуде напряжения 5 мВ, использованной в экспериментах, не превысит 50 пВт, что гарантирует отсутствие заметного перегрева такого термометра измерительным током. Амплитуда колебаний ножек камертона в вакууме составляет ~1 мкм, а в жидком гелии ~30 нм.

ИЗМЕРЕНИЯ В КОНЦЕНТРИРОВАННОЙ ФАЗЕ

Измерения ширины резонансной кривой и резонансной частоты в верхней фазе велись главным образом первым из упомянутых выше способов. Было обнаружено, что на параметры камер-

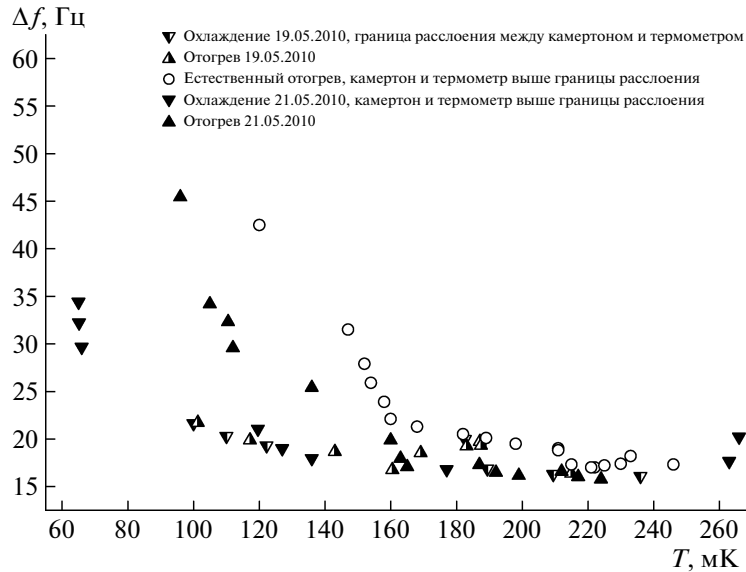


Рис. 4. Данные о ширине резонансных кривых, полученные при расположении камертона в концентрированной фазе.

тона существенно влияет не только температура, но и другие характеристики процесса: направление и скорость изменения температуры, положение кварцевого камертона относительно границы расслоения (см. рис. 4).

Помимо этого, наряду с резонансами обычной лоренцевой формы (рис. 5) были зарегистрированы и зависимости более сложного вида, свидетельствующие о возникновении спонтанных колебаний, при которых параметры среды меняются периодически с характерным временем в десятки секунд.

Эти колебания непосредственно обнаруживаются при записи сигнала как функции времени

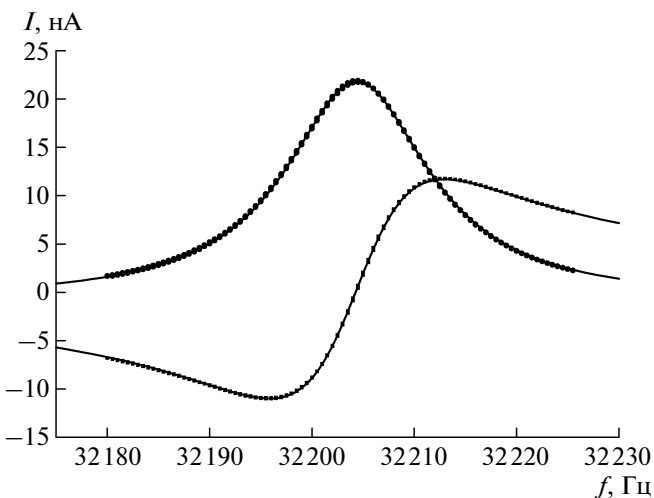


Рис. 5. Резонансные кривые обычной лоренцевой формы при температуре $T \approx 165$ мК.

при фиксированной частоте возбуждения (см. рис. 6).

Были проведены также эксперименты, в которых подавались короткие (~ 5 с) тепловые импульсы от внутреннего либо наружного нагревателя во время записи компонент тока.

Одновременно с этим проводилась запись сопротивления термометра (один раз каждые 50 с), находящегося в камере растворения (рис. 7). Температура камеры растворения перед подачей тепловых импульсов в этом эксперименте составляла ~ 60 мК. В этой области температуры верхняя фаза представляет собой практически чистый ${}^3\text{He}$, вязкость которого растет с понижением температуры ($\sim 1/T^2$), соответственно растет и ширина резонанса.

Первый импульс тепла подавался в момент времени 1 , а заканчивался в момент времени 2 . На рис. 7г время является параметром. Соответствующие одному и тому же моменту времени значения ширины резонанса и резонансной частоты получены из временных зависимостей компонент тока. Из рис. 7 видно, что импульс тепла вызывает нагрев камеры растворения, регистрируемый термометром сопротивления, но одновременно, вопреки ожиданиям, приводит к увеличению ширины резонанса ($1 \rightarrow 2$). После окончания импульса система возвращается к исходному состоянию ($2 \rightarrow 3 \rightarrow 1$).

Причина такого аномального поведения резонатора может быть связана с наличием сверхтекучей пленки нижней фазы, покрывающей все твердые поверхности внутри камеры растворения, находящиеся выше границы расслоения [4], в том числе и поверхность резонатора.

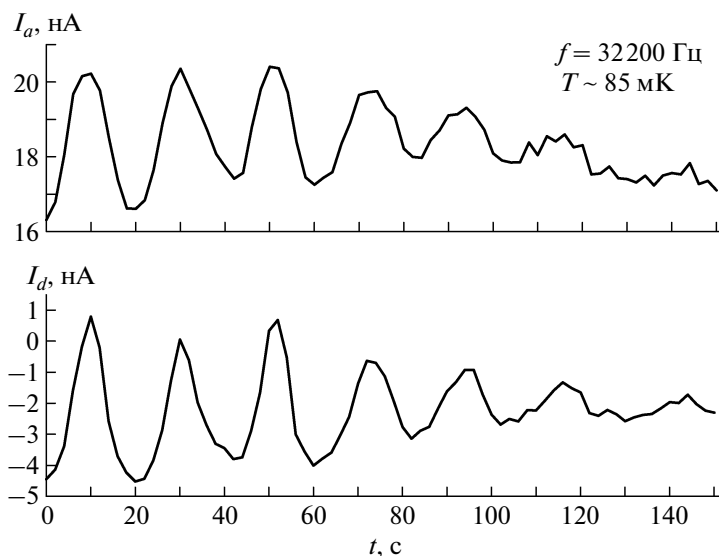


Рис. 6. Спонтанно возникающие в системе колебания.

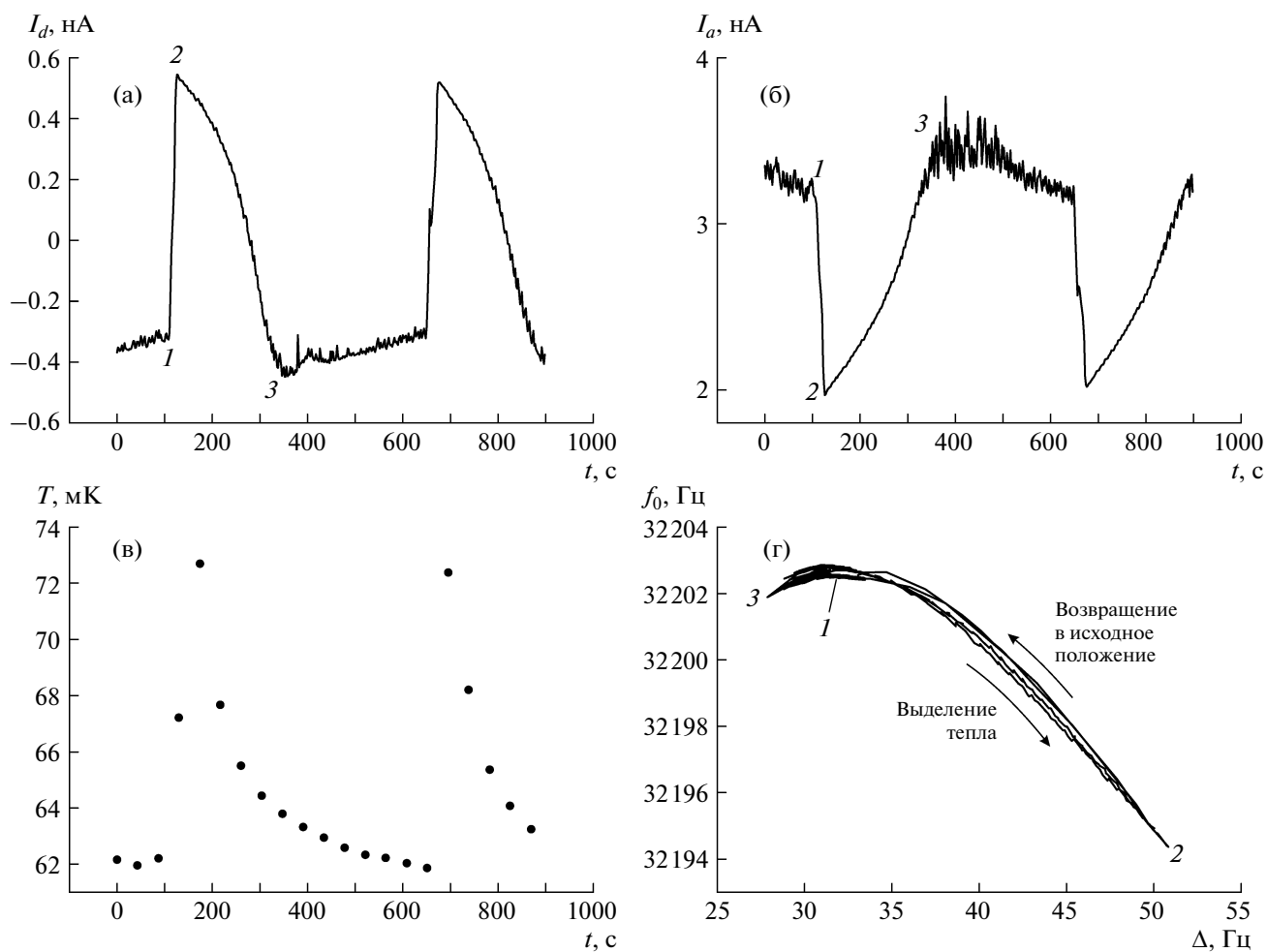


Рис. 7. Реакция кварцевого камертона на импульсы тепла: а – ортогональная и б – синфазная компоненты тока; в – показания термометра сопротивления от времени; г – зависимость резонансной частоты от ширины резонансной кривой.

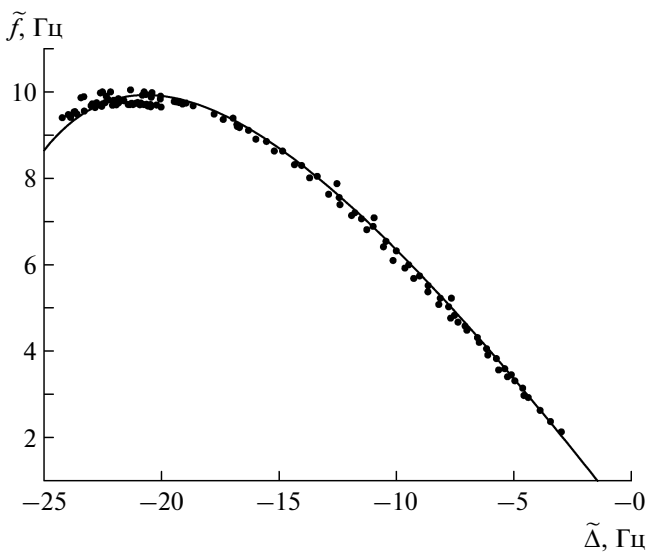


Рис. 8. Зависимость $\tilde{f}(\tilde{\Delta})$ согласно (5).

Влияние этой пленки на характеристики резонатора может оказаться весьма значительным, если ее толщина сравнима с вязкой глубиной проникновения, которая в области температур от 100 до 10 мК меняется от ~ 1.5 до ~ 15 мкм. На гладкой поверхности толщина пленки составляет 20–30 нм. Однако, как видно из фотографии с высоким разрешением аналогичного кварцевого камертона [3], характерный размер шероховатости поверхности кварцевого камертона составляет несколько микрометров. Радиус кривизны поверхности пленки, покрывающей кварцевый камертон, расположенный на высоте $h = 1$ см над границей расслоения, определяется поверхностным натяжением [5], и его можно оценить равным ~ 8 мкм. Так как радиус кривизны сравним с характерным размером шероховатости, то средняя толщина пленки оказывается того же порядка, что и характерный размер шероховатости, т.е. составляет несколько микрометров.

Удовлетворительное описание влияния толщины пленки на характеристики резонатора можно получить в рамках следующей простой модели. Пусть Δ_3 и Δ_4 – ширины резонансных кривых в верхней и нижней фазах соответственно, δ – вязкая глубина проникновения, d – толщина пленки. Предполагая, что вклад нижней фазы в ширину резонанса пропорционален толщине пленки, представим эту ширину в виде

$$\Delta = \frac{\Delta_4 d}{d + \delta} + \frac{\Delta_3 \delta}{d + \delta} = \Delta_3 - (\Delta_3 - \Delta_4) \frac{d}{d + \delta}. \quad (3)$$

При рассмотрении зависимости резонансной частоты от толщины пленки нужно учитывать два эффекта: замещение легкого ^3He более тяжелым ^4He и уменьшение резонансной частоты, связан-

ное с вязкостью. Пусть f_{30} и f_{40} – резонансные частоты для чистых ^3He и ^4He без учета вязкости, l – характерный линейный размер кварцевого камертона, B – некоторый численный коэффициент, зависящий от геометрической формы камертона. Учитывая оба эффекта, резонансную частоту колебаний можно представить как

$$f_0 = f_{30} - \frac{B\delta^2}{d + \delta} - \frac{f_{30} - f_{40}}{l} d. \quad (4)$$

Введем следующие обозначения: $\tilde{f} = f_0 - (f_{30} - B\delta)$, $\tilde{\Delta} = \Delta - \Delta_3$. Из уравнений (3) и (4) получим зависимость $\tilde{f}(\tilde{\Delta})$:

$$\tilde{f} = \frac{-\frac{B\delta}{\Delta_3 - \Delta_4} \tilde{\Delta}^2 + \left(\frac{(f_{30} - f_{40})\delta}{l}\right) \tilde{\Delta}}{\tilde{\Delta} + (\Delta_3 - \Delta_4)}. \quad (5)$$

Этой зависимостью удается аппроксимировать экспериментальные данные, представленные на рис. 7г (рис. 8). Пользуясь значениями коэффициентов $B\delta$, $(\Delta_3 - \Delta_4)$ и $(f_{30} - f_{40})\delta/l$, полученными при аппроксимации, убеждаемся, что отношение d/δ может быть как меньше, так и больше 1, т.е. толщина пленки действительно сравнима с вязкой глубиной проникновения.

Помимо этого, градиенты температуры в камере растворения могут оказывать большое влияние на толщину покрывающей кварцевый камертон пленки нижней фазы. Для оценки разности температур между границей раздела фаз и кварцевым камертоном, необходимой для возникновения макроскопической капли нижней фазы на поверхности кварцевого камертона, расположенного на высоте $h = 1$ см над границей раздела фаз, запишем уравнение равновесия для сверхтекучей компоненты нижней фазы:

$$(\rho_4 - \rho_c)gh = \Delta\Pi_{\text{осм}} + \frac{1}{v_4} \int_0^h s_4 dT,$$

где ρ_4 и ρ_c – плотности ^4He и концентрированной фазы соответственно; $\Delta\Pi_{\text{осм}}$ – разность осмотических давлений; v_4 и s_4 – объем и энтропия ^4He , отнесенные к одному атому. Второй член в правой части равенства представляет собой давление фонтанирования, которое мало по сравнению с разностью осмотических давлений, и этот член можно не учитывать. $\Delta\Pi_{\text{осм}} \approx 120\Delta T$ Торр [6, с. 185, рис. 5.17], а $(\rho_4 - \rho_c)gh \approx 0.05$ Торр, откуда получаем $\Delta T \approx 0.4$ мК. Возникновение таких и больших градиентов температуры в работающей установке весьма вероятно из-за малой теплопроводности верхней фазы (~ 70 мкВт/(см · К) [7, с. 28]), где размещен камертон. Наличие градиента температуры вызывает перетекание сверхтекучей компоненты по пленке, которое в некоторых случаях сопровождается автоколебаниями [4]. По-видимому, именно колебания такого типа (рис. 6) наблюдались в наших экспериментах.

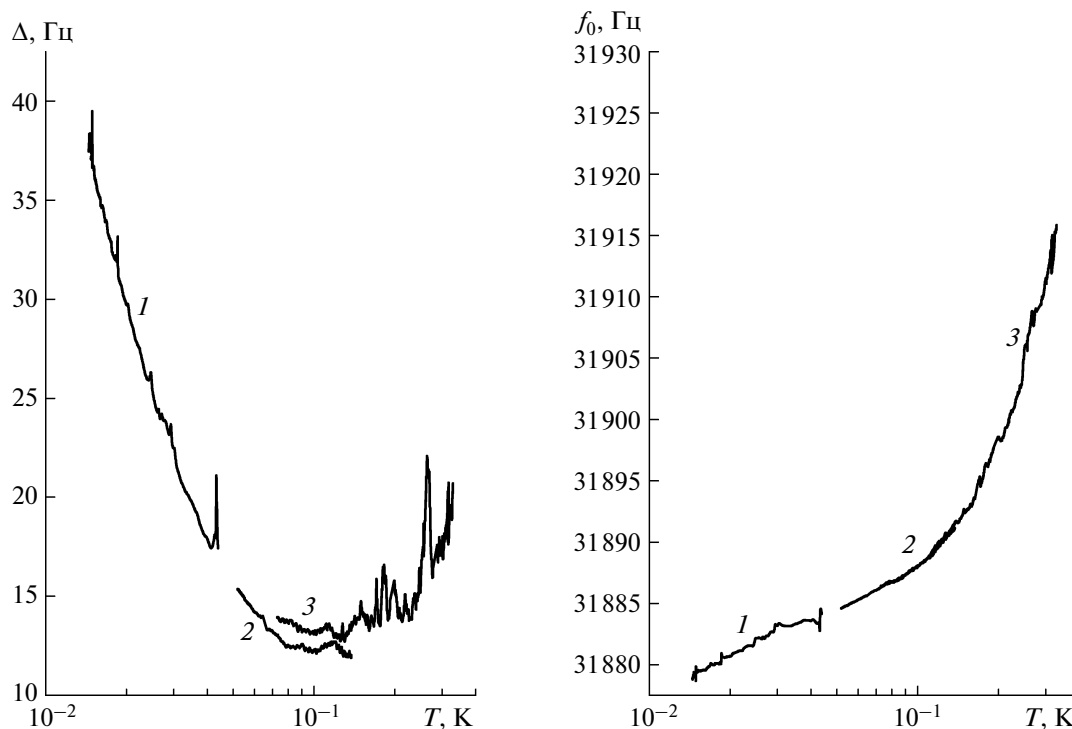


Рис. 9. Зависимости ширины резонанса и резонансной частоты от температуры в разбавленной фазе при охлаждении: 1 – в разовом режиме, 2 – с работающим подавителем пленки в камере испарения, 3 – с выключенными нагревателями.

Что же касается реакции кварцевого камертона на тепловые импульсы, то они, повышая температуру нижней фазы, делают пленку тоньше, тем самым увеличивая ширину резонансной кривой, согласно формуле (3).

ИЗМЕРЕНИЯ В НИЖНЕЙ ФАЗЕ

В серии экспериментов в нижней фазе раствора был использован другой кварцевый камертон из той же партии. В этих экспериментах измерения велись главным образом вторым методом, в котором компоненты напряжения записывались как функции времени при постоянной частоте возбуждения. Время от времени контролировалась форма резонансных кривых. По ней определялись величины I_0 и φ (см. (1) и (2)), необходимые при вычислениях $\Delta(t)$ и $f_0(t)$, и корректировалась частота, на которой проводилась временная запись. Одновременно с компонентами напряжения записывались показания термометра сопротивления в камере растворения.

На рис. 9 приведены зависимости ширины резонанса и резонансной частоты от температуры. Общий вид кривых позволяет заключить, что резонансные параметры кварцевого камертона в нижней фазе могут быть использованы для грубого определения температуры. При температурах выше 100 мК более чувствительной к температуре

оказывается резонансная частота, при более низких температурах – ширина резонансной кривой.

Множественные пики на кривой $\Delta(T)$ выше 100 мК, вероятнее всего, связаны с резонансами второго звука, подобными наблюдавшимся в работе [2]. Авторы этой работы использовали капсулированные кварцевые камертоны с вскрытыми, но не удаленными цилиндрическими чехлами. Наблюдавшиеся в этой работе пики были объяснены возникновением резонансов второго звука в зазорах между стенками чехла и ножками кварцевого камертона. В наших экспериментах цилиндрический чехол был удален полностью, а расстояние от кварцевого камертона до ближайшей стенки камеры растворения (7–8 мм) почти в 20 раз больше длины волны второго звука частотой ~ 32 кГц (~ 0.4 мм при 100 мК). Поэтому геометрическими параметрами, соразмерными с длиной волны, являются лишь линейные размеры кварцевого камертона.

Помимо этого, при температуре от 75 до 140 мК замечен систематический сдвиг в ширинах резонансных кривых, который может быть связан с разными градиентами температуры в рассматриваемых процессах (для кривых 2 и 3 на рис. 9 средняя по указанному интервалу температур скорость охлаждения отличалась почти в 10 раз).

Результаты, представленные кривыми 1 на рис. 9, были получены в разовом режиме работы криостата. На зависимости $\Delta(T)$ более заметно

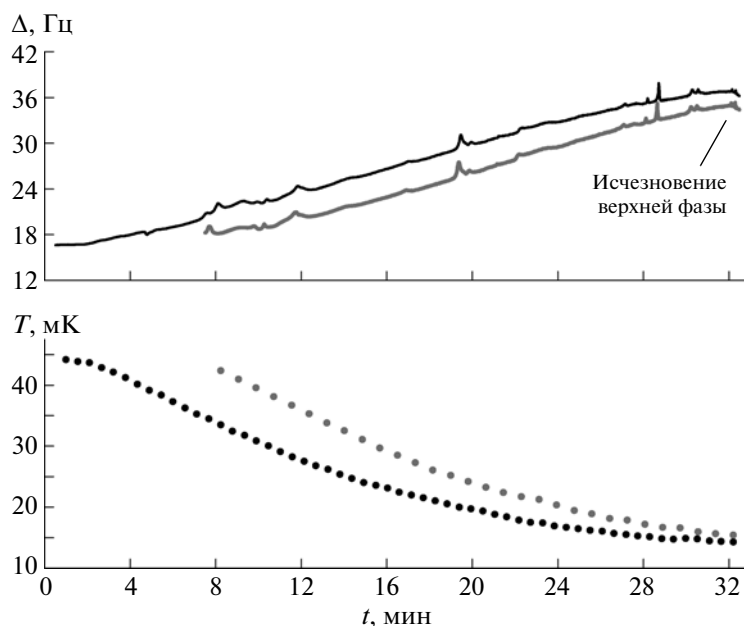


Рис. 10. Временные зависимости ширины резонансных кривых и показаний термометра сопротивления в двух разных разовых режимах работы криостата.

присутствие резких пиков. Было установлено, что их появление связано не с температурой, а с положением границы расслоения.

На рис. 10 приведены результаты измерений в разовых режимах с одинаковой скоростью отбора, но разным начальным количеством ^3He . На этом рисунке моменты исчезновения верхней фазы в камере растворения, фиксируемые по резкому излому на зависимости $\Delta(t)$, совмещены. На зависимостях ширины резонансной кривой пики возникают в одно и то же время до окончания всего процесса, несмотря на то что показания термометра сопротивления в моменты появления пиков заметно отличаются друг от друга. Очевидно, в данном случае наличие пиков нельзя связать с резонансами второго звука, скорость которого меняется с температурой; по-видимому, здесь мы наблюдаем резонансы первого звука (длина волны ~ 7.5 мм и уже не зависит от температуры) в камере растворения, частоты которых определяются положением границы расслоения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Измерения резонансных характеристик кварцевого камертона, размещенного непосредственно в хладагенте рефрижератора растворения, выявили ряд существенных отклонений от ожидавшейся плавной температурной зависимости частоты и ширины резонанса, обусловленной изменениями вязкости и плотности окружающей камертон среды. При размещении кварцевого камертона в разных фазах жидкости камеры растворения отклонения носили различный характер, но в обоих

случаях обнаруживали корреляцию с геометрическими (размеры камеры и самого камертона, его расстояние от межфазной границы) и (или) тепловыми (скорость и направление изменения температуры) характеристиками прибора и эксперимента. Физические причины возникновения этих отклонений подробно обсуждены выше; отметим, что их существование приводит к выводу о нецелесообразности использования неизолированного от хладагента кварцевого камертона в качестве термометра камеры растворения.

Авторы благодарны В.В. Дмитриеву и А.И. Клеву за полезные советы и обсуждения.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 09-02-12200-офи-м).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Blaauwgeers R., Blazkova M., Clovecko M. et al.* // J. Low Temp. Phys. 2007. V. 146. P. 537.
2. *Salmela A., Tuoriniemi J., Pentti E. et al.* // J. Phys.: Conf. ser. 2009. V. 150. P. 012040.
3. *Blazkova M., Clovecko M., Eltsov V.B. et al.* // J. Low Temp. Phys. 2008. V. 150. P. 525.
4. *Пешков В.П.* // Письма в ЖЭТФ. 1975. Т. 21. Вып. 6. С. 356.
5. *Есельсон Б.Н., Иванцов В.Г., Коваль В.А. и др.* Свойства жидкого и твердого гелия. Растворы ^3He - ^4He . Киев: Наукова думка, 1982.
6. *Есельсон Б.Н., Григорьев В.Н., Иванцов В.Г. и др.* Растворы квантовых жидкостей ^3He - ^4He . М.: Наука, 1973.
7. *Pobell F.* Matter and Methods at Low Temperatures. Berlin: Springer-Verlag, 2007. P. 28.