
**ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА**

УДК 536.581.3

ПОГРУЖНОЙ МИКРОКРИОСТАТ РАСТВОРЕНИЯ

© 2009 г. В. С. Эдельман

*Институт физических проблем им. П.Л. Капицы РАН
Россия, 119334, Москва, ул. Косыгина, 2*

Поступила в редакцию 23.09.2008 г.

Описан автономный микрокриостат растворения, циркуляция ^3He в котором осуществляется за счет его конденсации в объеме, охлаждаемом сорбционной откачкой ^3He из отдельной ванны. Особенность прибора – расположение держателя образцов в верхней части прибора, что облегчает доступ к нему. Держатель связан с миксером теплопроводом из отожженной меди длиной ~0.5 м. Криостат работает при погружении в безазотный транспортный (35 л) сосуд с жидким гелием. Цикл работы криостата включает процедуру десорбции, конденсации и охлаждения ванны с ^3He до 0.35–0.4 К и миксера до 0.05–0.1 К (примерно 1.5–2 ч), а также период поддержания температуры ниже 0.1 К (12–14 ч). Жидкого гелия в транспортном криостате хватает на 6 суток работы. Минимальная достигнутая температура держателя 0.04 К. При рассеянии в нем мощности 0.5 мкВт температура не поднимается выше 0.1 К. Основное предназначение прибора – охлаждение чувствительных детекторов излучения.

PACS: 07.20.Mc

В работе [1] описаны рефрижераторные блоки двух вариантов портативного криостата растворения ^3He в ^4He , работа которых основана на откачке паров смеси их конденсацией на холодную стенку [2, 3]. Для охлаждения конденсатора используется откачка паров жидкого ^3He из отдельной ванны сорбционным насосом. Чтобы обеспечить работу этих приборов, они погружаются в жидкий гелий, залитый в транспортный сосуд. Такие криостаты предназначены, в первую очередь, для охлаждения детекторов излучения. Естественно располагать детекторы или иные исследуемые образцы наверху прибора вне транспортного дюзара, чтобы упростить подведение излучения в зону низких температур и обеспечить незатрудненный доступ к образцам при их монтаже. Ниже описана конструкция прибора, отвечающего этим требованиям.

КОНСТРУКЦИЯ МИКРОКРИОСТАТА

Общий вид микрокриостата-вставки в собранном виде представлен на рис. 1а. Прибор при работе вставляется в безазотный криостат с жидким гелием производства НПО “Гелиймаш” (рис. 1б). Параметры транспортного криостата: емкость 35 л, испаряемость гелия ~1 л/сутки. Диаметр прохода 58 мм. Высота с вставленным микрокриостатом 1 м.

Корпус вставки состоит из верхней части 2 (рис. 2а), к фланцам которой крепятся верхняя крышка 1 и идущая вниз наружная труба 25 из нержавеющей стали $\varnothing 56 \times 0.3$ мм, уплотненные индием. Для гарантии устойчивости стенок трубы при вакуумной откачке на нее напаяны латунные

кольца жесткости. Снизу на трубу припоем ПСр напаяно медное переходное кольцо, к которому припоем ПОС60 герметично припаяна медная труба – экран 20, закрывающий низкотемпературную часть прибора. В свою очередь эта труба припоем индий – олово с температурой плавления 105°C вакуумно-плотно спаяна с корпусом блока сорберов 16, расположенным в нижней части прибора. Эта пайка при сборке является последней. При разборке она распаивается, что позволяет снять наружную трубу в сборе с медной трубой и получить свободный доступ к внутренним узлам.

Верхняя часть 2 изготовлена из нержавеющей стали и содержит 4 отделенные друг от друга герметичные полости. Три из них (полости 27), имеющие форму торов, расположены в нижней половине и предназначены для хранения рабочих газов – ^4He , ^3He и их смеси 30–40% ^3He + 70–60% ^4He . Эти объемы запираются вентилями, отсекающими их от линии заполнения газами, и связаны с соответствующими низкотемпературными узлами капиллярами из нержавеющей стали $\varnothing 1 \times 0.1$ мм. Объемы заполняются газами, когда низкотемпературная часть вставки охлаждена до гелиевой температуры, после чего прибор отсоединяется от газового поста. При последующем отогреве прибора они хранятся под давлением 25–50 атм внутри прибора.

В цилиндрической верхней полости расположен держатель образцов 3, окруженный экранами 5, 6, 7 со съёмными крышками, имеющими температуру соответственно 70–100, 4.2 и 0.35–0.45 К. От держателя образцов вниз к миксеру идет теплопровод 4 из отожженной медной про-

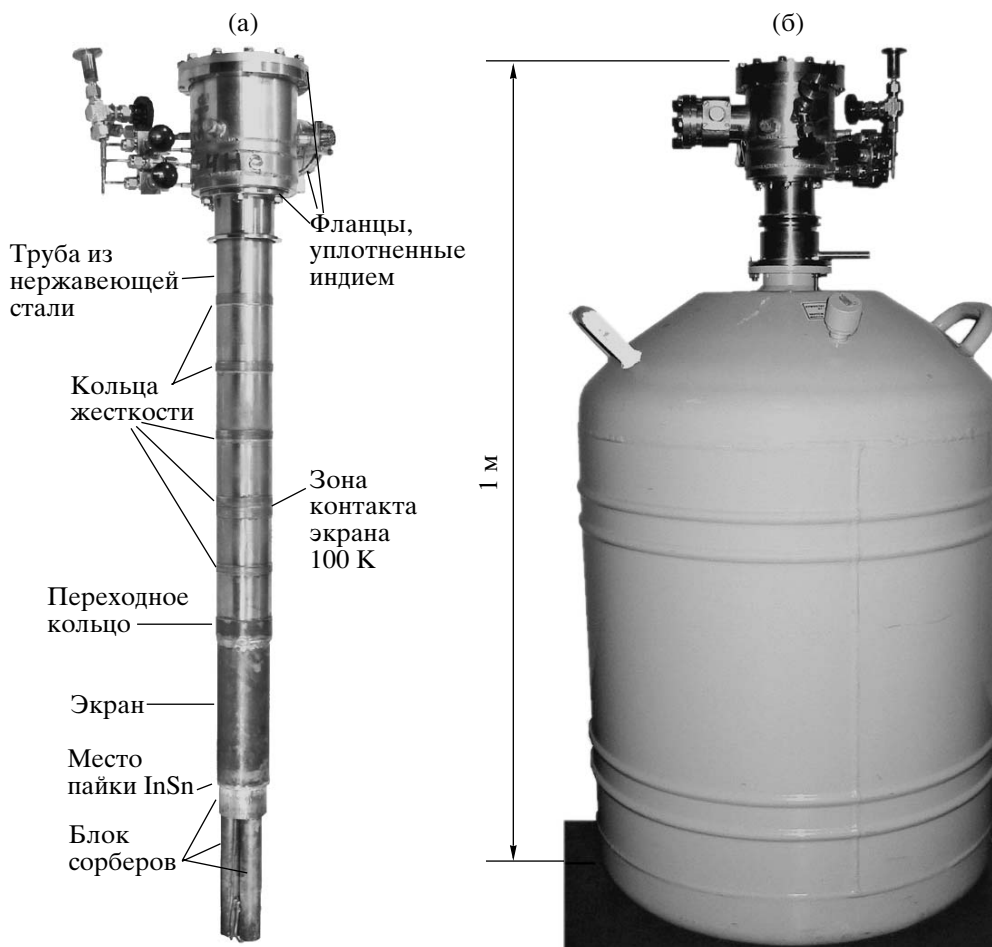


Рис. 1. Внешний вид криостата-вставки (а), установленной в транспортном гелиевом криостате объемом 35 л (б).

волокни $\varnothing 2$ мм, от экранов – отоженные трубки из меди к ванне ^3He , к медному фланцу 30 (рис. 2б), связанному тремя отоженными медными стержнями 19 с блоком сорберов 16, и к латунной втулке 31 с пружинящими лепестками, поджатыми изнутри к тонкостенной трубке из нержавеющей стали. Место контакта расположено на том участке, который попадает в экспериментально подобранное место “горла” транспортного криостата так, чтобы температура этого экрана, охлаждаемого парами гелия, была в стационарном состоянии примерно 100 К (рис. 1, рис. 2б). При увеличении потока гелия из дьюара при регенерации сорберов она понижается до 70–80 К. Отжиг всех теплопроводов велся в вакууме в присутствии небольшого (давление порядка 1 мТорр) количества кислорода. Благодаря этому коэффициент теплопроводности при температуре жидкого гелия достиг 30–35 Вт/(см · К).

Держатель образцов 3 крепится к экрану ^3He на растяжках из полимерной нити, натягиваемой с помощью центрирующих винтов 28 (рис. 2а, рис. 3). Таким же способом экран с температурой 0.4 К

крепится к экрану 4.2 К, а экран 100 К – к корпусу. Центрирование экрана 4.2 К относительно экрана 100 К обеспечивается за счет жесткости конструкции. Растяжки сделаны из нити “Армос 100А” (производства ОАО “Тверьхимволокно”), представляющей собой жгут из пучка тонких нитей. Ее паспортные параметры: модуль упругости 14500 кгс/мм², разрывная прочность 25 кгс, разрушающее напряжение 500 кгс/мм². По этим данным можно оценить сечение жгута равным 0.05 мм². Измеренная нами интегральная теплопроводность жгута от комнатной до азотной температуры 2–2.5 мВт · см. При низких температурах в соответствии с результатами исследования параметров криостата с достаточной для практики точностью можно считать теплопроводность равной 0.07Т² мкВт · см/К³.

Провода к держателю образцов подводятся от контактов переходников, выполненных из металлокерамических корпусов от микросхем (рис. 3). К этим же контактам припаяны идущие внутрь экрана 0.4 К скрученные пары из провода ПЭШОК 0.08 мм. Металлокерамические детали

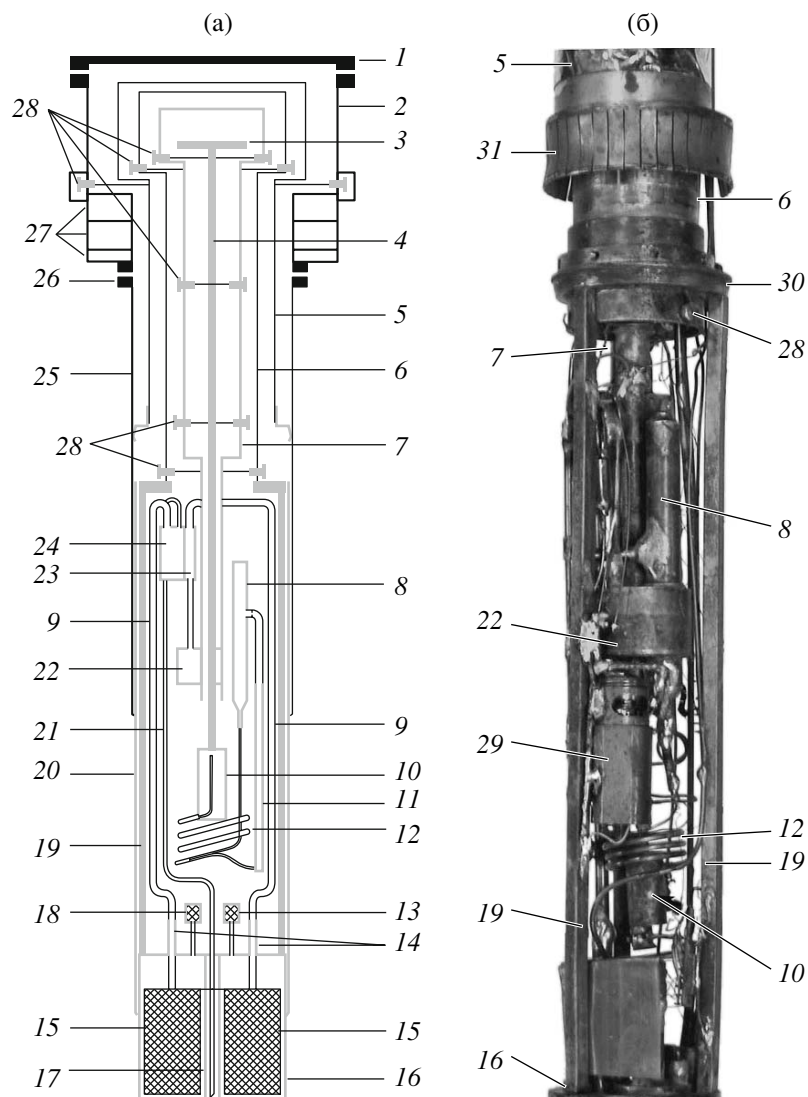


Рис. 2. Упрощенная схема криостата-вставки (а) и внешний вид низкотемпературной части криостата со снятым экраном (б). 1 – крышка из нержавеющей стали, уплотняемая индием; 2 – верхняя часть корпуса; 3 – держатель образцов; 4 – медный теплопровод; 5, 6, 7 – соответственно 100 К-, 4.2 К- и 0.4К-медные экраны; 8 – конденсатор паров смеси; 9 – трубки откачки ванн ^3He (справа) и ^4He (слева); 10 – миксер; 11 – испаритель; 12 – теплообменник; 13, 18 – сорбционные тепловые ключи сорберов ^3He и ^4He соответственно; 14 – медные проставки в линиях откачки; 15 – сорберы ^3He (справа) и ^4He (слева); 16 – медный корпус, в котором размещены сорберы; 17 – конденсатор ^4He ; 19 – несущие стержни-теплопроводы; 20 – медный экран; 21 – трубка перелива ^4He ; 22 – ванна ^3He ; 23 – конденсатор ^3He ; 24 – ванна ^4He ; 25 – труба из нержавеющей стали; 26 – нижний фланец, уплотняемый индием; 27 – контейнеры смеси, ^3He и ^4He ; 28 – винты для натяжения полимерных центрирующих нитей; 29 – магнитный тепловой ключ для предварительного охлаждения миксера и системы ^3He ; 30 – переходное кольцо экрана 4.2 К; 31 – пружинящие латунные лепестки.

припаяны через медные теплопроводы к экрану 0.4 К, что позволяет снять тепло, идущее по проводам от более теплых частей прибора [1]. Провода проведены из нижней части через запаянную в дно экрана направляющую трубку. Электроподводы к держателю образцов и для обслуживания работы криостата выведены на герметичные многотырьковые разъемы, установленные на верхней части корпуса в блоке, приваренном сбоку (рис. 1). Блок снабжен крышкой на индиевом уплотнении,

что облегчает доступ к контактам разъемов со стороны вакуумной полости.

В приборе был установлен рефрижераторный блок периодического действия, устройство которого довольно подробно описано в [1] и содержит следующие функциональные узлы, расположенные в общем вакуумном объеме (рис. 2):

– контур ^4He , включающий в себя градусную камеру 24 и объем конденсации ^3He 23, составля-

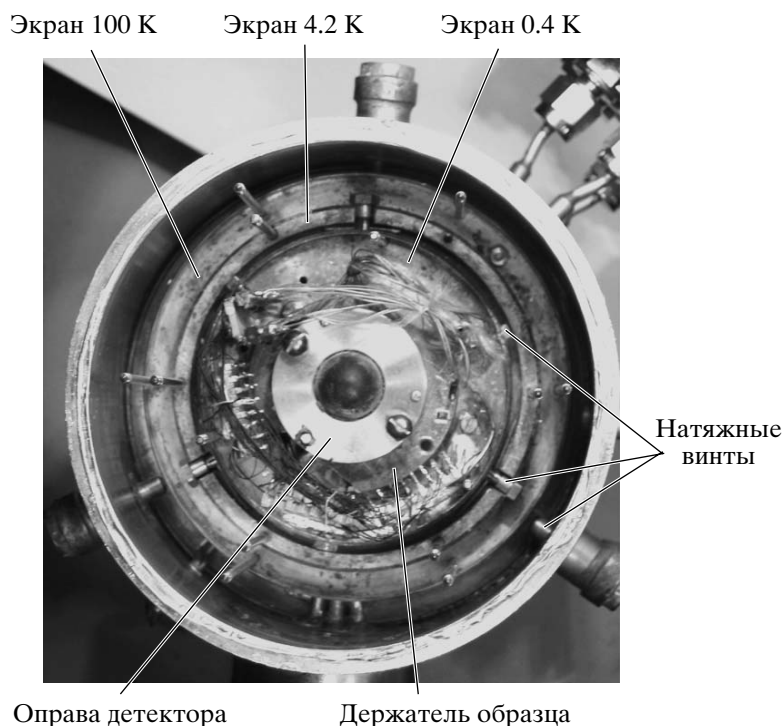


Рис. 3. Прибор со снятыми верхними частями экранов и крышкой (вид сверху).

ющие единый блок, ампулу 17 конденсации ^4He , капилляр 21 перелива ^4He и сорбционный насос 15, откачивающий пары гелия через трубку 9 из нержавеющей стали с медной вставкой 14 длиной ~5 см; нижняя часть вставки пропаяна через крышку корпуса 16; для управления теплообменом между сорбером 15 и корпусом 16, в котором он размещен, служит сорбционный тепловой ключ 18;

- основной контур ^3He , содержащий ванну ^3He 22 и конденсатор 8 паров смеси ^3He – ^4He ; ванна 22 охлаждается откачкой паров жидкого ^3He через трубку 9 сорбционным насосом 15, снабженным тепловым ключом 13;

- контур растворения, содержащий ванну растворения 10 (миксер), трубчатый теплообменник 12, испаритель 11 и уже упомянутый конденсатор 8, установленный в ванне 22.

Устройство основных узлов также подробно описано в [1]. Там же было описано устройство форсированного охлаждения на основе сильфона, сжимающего тепловые контакты при подаче в него газа. К сожалению, имевшиеся в нашем распоряжении сильфоны оказались весьма ненадежными, и в их стенках появлялись течи после нескольких циклов нагрева-охлаждения прибора. Поэтому мы заменили сильфон электромагнитным прижимом 29, сжимающим контакты, связанные с миксером 10, ванной ^3He 22 и стержнем-теплопроводом 19, при пропускании тока 0.1–0.2 А через обмотку электромагнита. Для снижения

потерь жидкого гелия обмотка выполнена сверхпроводящим проводом NbTi в медной матрице.

РАБОТА ПРИБОРА

После сборки и откачки вакуумной рубашки до давления порядка 1 мТорр прибор погружается в жидкий азот. За ночь его внутренние части охлаждаются до 90–100 К. После этого он переносится в транспортный криостат с жидким гелием. При этом жидкий гелий интенсивно испаряется в атмосферу, и за время его медленного погружения в дюар (около 5–10 мин) теряется примерно 2 л He. Соответствующие потери газа не столь велики, чтобы делать сложные и дорогостоящие устройства шлюзования. Для лабораторий, в которых не ведется сбор газа, это тем более не нужно.

После погружения в гелий и остывания обмотки магнитного ключа, на что требуется несколько минут, включается форсированное охлаждение, и через 4–6 ч все охлаждаемые части остывают до температуры ниже 10 К. После этого проводятся операции регенерации сорберов и конденсации жидкостей (требующие времени примерно 1 ч, описанные в [1] и приводящие к потере 0.15–0.2 л жидкого гелия из дюара), включается откачка ^3He , а также нагреватель испарителя. При мощности нагрева 200–300 мкВт через 30–40 мин миксер остывает до 0.1 К (рис. 4), и суммарная мощность нагрева испарителя может быть

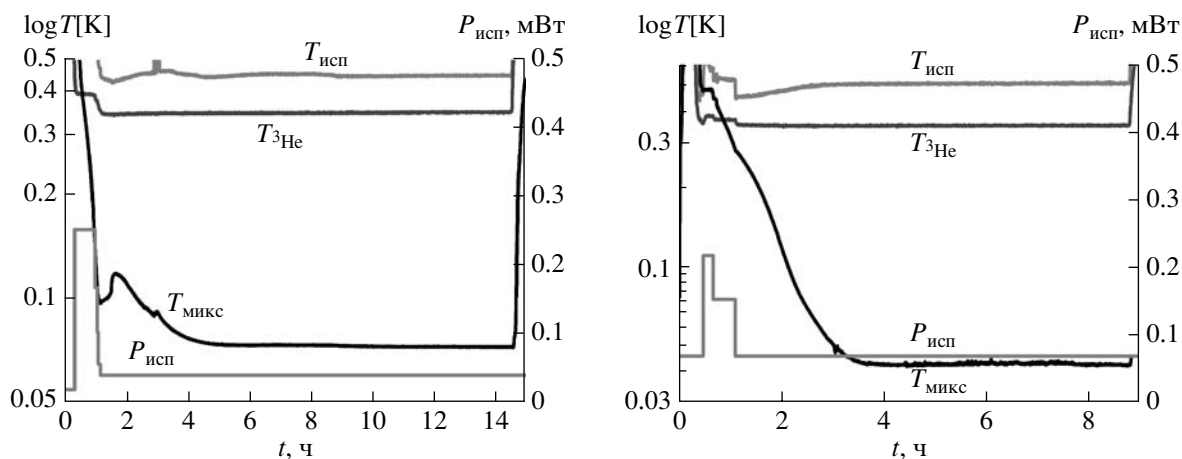


Рис. 4. Примеры зависимостей от времени температуры миксера, ванны ^3He и испарителя и мощности, подводимой к испарителю для двух опытов.

снижена до 30–40 мкВт. При таком подводе тепла низкая температура поддерживается 10–13 ч, пока не испарится весь ^3He . После этого цикл может быть повторен.

Как видно из верхней части рис. 4, процесс охлаждения протекает довольно сложно. Так, после переключения мощности нагрева испарителя (время ≈ 1 ч) температуры миксера и испарителя изменяются немонотонно. Связано это с тем, что состояние системы определяется не только температурами основных узлов, но и тем, что исходно расслоение смеси может происходить не только в миксере, но и в других местах, например в теплообменнике. На процесс влияют также перенос по сверхтекучей пленке, термомеханический эффект и термоосмос. Таким образом, ход охлаждения зависит от многих начальных параметров, в том числе и от предыстории. Поэтому количество тепла, подведенное к испарителю (а тем самым и к ванне ^3He), может заметно различаться от опыта к опыту. Из-за этого и время поддержания низкой температуры тоже несколько изменяется от опыта к опыту.

При большей мощности нагрева испарителя и соответственно большей циркуляции ^3He достигается меньшая температура (рис. 4). Но при этом, естественно, уменьшается время ее поддержания.

Температура держателя образцов с точностью ее измерения RuO_2 -термометрами сопротивления порядка нескольких милликельвин совпадает с температурой миксера. Основной вклад в погрешность вносит использование при пересчете сопротивления в температуру не индивидуальной калибровки, а типовой, полученной для трех образцов резисторов [1]. Отметим, что температура миксера на несколько милликельвин даже превышает температуру держателя из-за попадания на термометр излучения от нагретого до примерно 15 К теплового ключа, обеспечивающего охла-

ждение сорбера ^3He . При выключении ключа на несколько минут температура миксера снижается и приближается к температуре держателя. Однако из-за ухудшения условий теплообмена начинает увеличиваться температура сорбера, а с ней и температуры ванны ^3He и испарителя, и ключ приходится опять нагревать.

На рис. 5 приведены зависимости температур миксера и держателя при подведении к последнему различной мощности. Для более наглядной демонстрации при построении этих графиков была введена небольшая поправка к показаниям термометра миксера, чтобы зависимости совпадали в те моменты, когда подводимая мощность равна нулю. При подводе тепла к держателю при минимальной достигнутой в этом опыте температуре ≈ 0.07 К изменение температуры миксера незначительно, а температура держателя за характерные времена порядка нескольких секунд вырастает на несколько сотых градуса. На врезке рис. 5 видно, что перегрев довольно быстро нарастает по мере уменьшения температуры, существенно быстрее, чем по линейному закону, характерному для нормального металла (меди). Экстраполированный из области более высоких температур вклад медного теплопровода при 0.05 К не превышает 6 мК/мкВт. В основном, в этой области температур перегрев вызван экспоненциально возрастающим теплосоппротивлением сверхпроводящей пайки припоем InSn для соединения теплопровода и миксера. Таким образом, при необходимости перегрев может быть снижен, если использовать другую, более сложную, технологию соединения этих узлов. Однако для нормальной работы детекторов излучения (для чего создан криостат) подведение к нему даже 0.1 мкВт уже недопустимо, и этот недостаток несуществен.

Отметим, что перегрев держателя очень малой мощностью, практически не сказывающийся

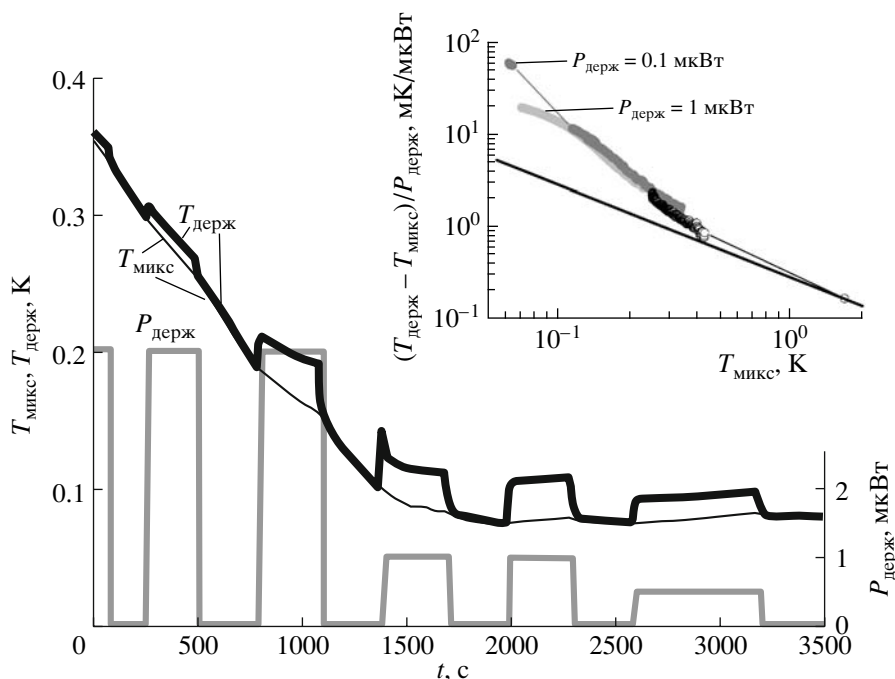


Рис. 5. Зависимость от времени температуры миксера и держателя образца при разных уровнях мощности, подводимой к держателю. На врезке – зависимость от температуры миксера перегрева держателя, отнесенного к мощности, подводимой к нему (разные точки относятся к разным опытам); прямая соответствует теплосопrotивлению нормального металла.

на температуре и режиме работы миксера и при этом происходящий довольно быстро, может оказаться полезным, если надо стабилизировать температуру. Как видно из рис. 4, при выходе на стационарный режим температура довольно стабильна, ее вариации не превосходят 1 мК, и для поддержания стабильной температуры достаточно нагрева на уровне 0.1 мкВт. В [1] был описан рефрижераторный блок непрерывного действия,

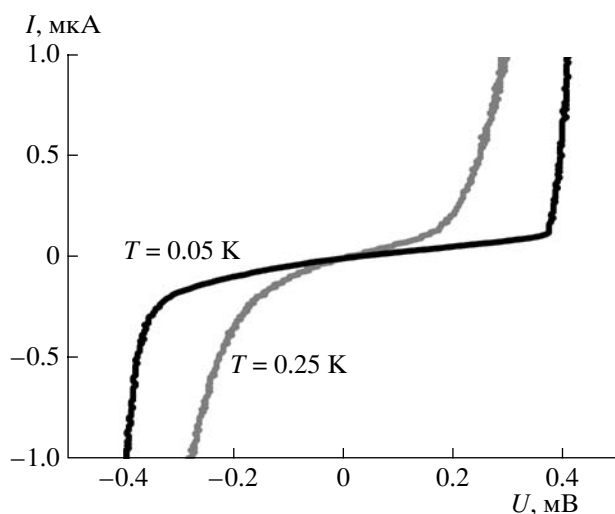


Рис. 6. Вольт-амперные характеристики туннельной SIN-структуры при температуре 0.05 и 0.25 К.

и очевидно, что для криостата с использованием такого блока электронная стабилизация позволит поддерживать температуру детектора с точностью, существенно лучшей 1 мК, в течение нескольких суток.

С использованием описанного криостата начато исследование туннельных структур сверхпроводник–изолятор–нормальный металл (SIN-структур) как детекторов терагерцового диапазона. На рис. 6 приведен пример зарегистрированных вольт-амперных характеристик при разных температурах. Видно, что понижение температуры реально приводит к существенному изменению характеристик: протяженность линейной области увеличивается, а наклон линейного участка значительно уменьшается.

ПАРАМЕТРЫ КРИОСТАТА

- Минимальная зарегистрированная температура держателя образцов 0.04 К.
- Время поддержания температуры ниже 0.1 К – 10–13 ч.
- Устойчивая работа при мощности, подводимой к испарителю, от 40 до 400 мкВт (скорость циркуляции примерно от 1.5 до 15 мкмоль/с).
- При скорости циркуляции 1.5 мкмоль/с и подведении к держателю образцов мощности 0.5 мкВт его температура не более 0.1 К.

- Время охлаждения миксера от 1 до 0.1 К примерно 30–40 мин (в зависимости от скорости циркуляции).

- Приток тепла к испарителю от экрана 4.2 К по нитям крепления к нему блока ^3He – 5–7 мкВт, к испарителю и ванне ^3He из-за переноса по сверхтекучей пленке в капилляре заполнения смесью – 20–25 мкВт.

- Минимальная температура ванны ^3He – 0.34 К, ванны ^4He при регенерации ^3He – 0.9 К.

- Температура “экрана 100 К” – 80–100 К.

- Время предварительного охлаждения до азотной температуры при погружении в жидкий азот – ночь.

- Время охлаждения до уровня 4–5 К при включенном магнитном ключе – 4–6 ч.

- Потери гелия при предварительном охлаждении примерно 5 л.

- Время подготовки к запуску цикла циркуляции 1–1.5 ч.

- Время работы с одним транспортным криостатом с гелием 6 суток. Количество заправленных газов: 0.22 моль ^4He , 0.11 моль ^3He , 0.05 моль смеси 40% ^3He + 60% ^4He .

- Давление газов в теплом заправленном приборе 50 атм (^4He); 25 атм (^3He); 50 атм (смесь).

- Масса вставки 7.5 кг, дюара, заполненного жидким гелием, со вставкой – не более 35 кг.

А.Ф. Андрееву и Г.Д. Богомолу автор признателен за поддержку работы, Р. Негтманн, И.Н. Хлюстикову, А.В. Офицерову за участие в работе на начальном этапе, М.А. Тарасову за постановку измерений с SIN-структурой. Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ, грант 07-02-00515.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Негтманн Р., Офицеров А.В., Хлюстиков И.Н., Эдельман В.С. // ПТЭ. 2005. № 5. С. 142.
2. Эдельман В.С. // ПТЭ. 1971. № 4. С. 229.
3. Эдельман В.С. // ПТЭ. 2002. № 3. С. 139.