

Объединенный институт ядерных исследований

Лаборатория нейтронной физики им. Франка

На правах рукописи

Черников Александр Николаевич

**РАЗРАБОТКА КРИОСТАТОВ ДЛЯ ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИХ
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Специальность 01.04.01 - приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель:

д. ф-м. н., профессор, член-
корреспондент АН РТ

М.С. Тагиров

Дубна 2018

Оглавление.....	2
ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. РАЗРАБОТКА КРИОСТАТА С РЕФРИЖЕРАТОРОМ РАСТВОРЕНИЯ ^3He в ^4He и ИСПАРЕНИЯ $^3\text{He}/^4\text{He}$	27
1.1 Постановка задачи.....	27
1.2 Конструкция низкотемпературной ступени и теплообменников.....	34
1.3 Система откачки и газовые коммуникации.....	37
1.4 Экспериментальные результаты.....	39
1.5 Практическое применение.....	45
1.6 Резюме	47
ГЛАВА 2. АВТОНОМНЫЕ ДВУХСТУПЕНЧАТЫЕ СОРБЦИОННЫЕ РЕФРИЖЕРАТОРЫ С ОТКАЧКОЙ ^3He и ^4He ДЛЯ РАБОТЫ НА ТЕМПЕРАТУРНОМ УРОВНЕ 0,3 К.....	48
2.1 Постановка задачи.....	48
2.2 Принцип действия двухступенчатого рефрижератора с сорбционной откачкой.....	49
2.3 Обзор рефрижераторов с ^3He	51
2.3.1 Первые рефрижераторы с сорбционной откачкой ^3He с внешними газовыми коммуникациями.....	51
2.3.3 Рефрижераторы, в которых хранение ^3He и ^4He производится в самом рефрижераторе.....	58
2.3.4 Рефрижераторы для наземных обсерваторий.....	63
2.3.5 Рефрижераторы для работы в стратосфере.....	65
2.3.6 Рефрижераторы для расположения их на спутниках Земли.....	66

2.3.7 Сорбционные рефрижераторы с охлаждением при помощи механических криокулеров.....	67
2.4 Разработка двухступенчатых рефрижераторов, представленных в диссертации.....	70
2.4.1 Двухступенчатый рефрижератор - вставка в гелиевый криостат....	70
2.4.2 Двухступенчатый рефрижератор с расположением образца в общем вакууме гелиевого криостата.....	74
2.4.3 Двухступенчатый рефрижератор, охлаждаемый криокулером замкнутого цикла.....	77
2.4.4 Экспериментальные результаты.....	81
2.5 Резюме.....	87
ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА БЕЗАЗОТНОГО ГЕЛИЕВОГО КРИОСТАТА С МАЛЫМИ ТЕПЛОВЫМИ ПОТЕРЯМИ ДЛЯ ОХЛАЖДЕНИЯ ТУННЕЛЬНОГО СКАНИРУЮЩЕГО МИКРОСКОПА (СТМ).....	88
3.1 Постановка задачи.....	88
3.2 Описание конструкции.....	91
3.3 Экспериментальные результаты.....	96
3.4 Использование криостата.....	99
3.5 Резюме.....	99
ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ШАХТНОГО КРИОСТАТА ДЛЯ НЕЙТРОННЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ.....	100

4.1 Постановка задачи.....	100
4.2 Шахтный криостат с диаметром шахты 20 мм.....	102
4.2.1 Конструкция криостата.....	104
4.2.2 Результаты испытаний.....	109
4.3 Шахтный криостат с диаметром шахты 70 мм.....	112
4.3.1 Конструкция криостата.....	112
4.3.2 Результаты испытаний.....	115
4.4 Шахтный криостат с диаметром шахты 120 мм.....	116
4.4.1 Конструкция шахтного криостата.....	117
4.4.2 Результаты испытаний.....	120
4.5 Резюме.....	124
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	125
Публикации автора по теме диссертации.....	126
Список цитируемой литературы.....	129

ВВЕДЕНИЕ

Диссертационное исследование посвящено развитию экспериментальной физической аппаратуры, а именно - криостатов, которые востребованы при исследованиях методами нейтронной спектроскопии, в области ядерной физики, астрофизики, физики поверхностей.

При разработке криостатов необходимо решать ряд технических задач, связанных как с конкретными физическими исследованиями, так и с условиями эксплуатации криостатов.

1. Основные положения, необходимые для разработки криостатов.

Можно условно выделить два температурных диапазона: ($300\text{K} \div 4,2$) К и ниже 4,2 К. Такое разделение обусловлено температурой кипения жидкого ^4He при атмосферном давлении. Диапазон ниже 4,2 К, в свою очередь, можно разделить по методу получения низких температур: путем откачки насыщенных паров ^4He или ^3He и путем растворения ^3He в ^4He .

В диапазоне ($300\text{K} - 4,2$) К любая температура может быть обеспечена применением гелиевых криостатов или механических криокулеров замкнутого цикла. Использование гелиевых криостатов может быть затруднено в экспериментальных залах нейтронных источников и в высокогорных обсерваториях по причине значительных эксплуатационных расходов, а также отсутствия соответствующей инфраструктуры. В этом случае актуальна разработка криостатов с

использованием криокулеров замкнутого цикла, к которым относятся наиболее распространенные криокулеры Гиффорда-Макмагона (GM - тип) и криокулеры на пульсационных трубах (РТ - тип). Если технические условия позволяют использовать холодную головку криокулера в вертикальном положении, то предпочтительно использовать криокулер РТ типа, который отличается тем, что в его холодной головке нет возвратно-поступательного движения регенератора, как у традиционного криокулера GM типа. Это дает практически неограниченный ресурс холодной головки, ограничивающийся только ресурсом роторного вентиля, а также минимальные вибрации и малые акустические шумы. При одинаковой мощности компрессора и одинаковой цене, криокулеры РТ типа незначительно уступают криокулерам GM типа в коэффициенте полезного действия.

В гелиевых криостатах теплоприток к жидкому гелию величиной 1 Ватт компенсируется испарением гелия со скоростью 1,2 л/час. Современные криокулеры имеют холодопроизводительность от 0,5 Вт до 1,5 Вт при 4,2 К и конечную температуру около 2,5 К. Поэтому использование криокулера позволяет заменить жидкий гелий в большинстве криостатов.

Криостаты, представленные в диссертации, ориентированы в основном на использование РТ криокулеров. РТ криокулер в современной конфигурации впервые предложен Микулиным Е.И и др. в 1984 г. [1]. Теория криокулера РТ достаточно полно дана в работах [2], [3], [4].

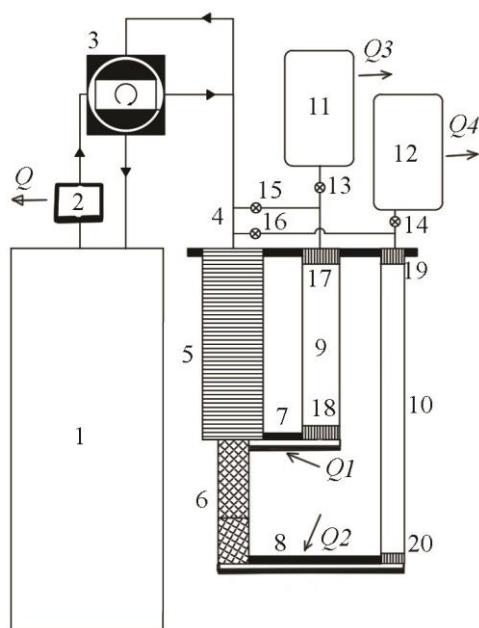


Рисунок 1 - Схема двухступенчатого криокулера на пульсационных трубах. (1 – компрессор, 2 - теплообменник; остальные позиции относятся к холодной головке)

Поскольку температура инверсии гелия примерно равна 40 К (для давлений (5 – 30) бар), то для получения холодильного эффекта необходимо использовать адиабатическое или изоэнтропное расширение газа. В криокулерах РТ и GM типа используется периодическое адиабатическое расширение гелия. Рассмотрим устройство и принцип работы РТ криокулера. На рисунке 1 представлена схема двухступенчатого РТ криокулера. Криокулер состоит из компрессора 1, на выходе которого стоит теплообменник 2, где сжатый гелий охлаждается до комнатной температуры с отводом тепла Q , и холодной головки. На выходе из теплообменника 2 давление гелия составляет (20 – 23) бар. Компрессор имеет линию возврата, куда гелий закачивается при давлении (4 – 6) бар. Благодаря роторному вентилю 3 гелий поступает в холодную головку,

которая устанавливается в вакуумный криостат через линию 4, или откачивается из нее. Роторный клапан переключает линии высокого и низкого давления с частотой (1 – 1,5) Гц. Линия 4 соединена с вертикально расположенным регенеративным теплообменником (регенератором), состоящим из двух частей 5 и 6, первой и второй ступенями охлаждения соответственно. Регенеративный теплообменник в нижней части первой ступени соединен через канал и теплообменник 7 с пульсационной трубой 9 первой ступени, в нижней части второй ступени через канал и теплообменник 8 с пульсационной трубой 10 второй ступени. Пульсационные трубы 9 и 10 расположены вертикально и соединены с каналами буферными объемами 11 и 12 через сопротивления потоку диафрагменного типа 13 и 14. Линия 4 соединена также с каналами выхода пульсационных труб через байпасные клапаны 15 и 16.

Принципиальным является вертикальное расположение пульсационных труб. При этом холодные, более плотные слои гелия, находятся ниже теплых, менее плотных слоев. Это препятствует смешиванию горизонтальных слоев газа в трубах, а, следовательно, конвекционному тепловому шунтированию пульсационных труб по вертикали. Кроме того, пульсационные трубы 9 и 10 содержат как в верхней своей части, так и в нижней части выравниватели потока газа по сечению 17, 18, 19, 20.

Давление в буферных объемах, обычно объемом 1 л каждый, осциллирует относительно среднего с амплитудой значительно меньшей, чем амплитуда давления на входе в регенератор.

Криокюлер работает следующим образом:

Первый этап. Откачка гелия из регенератора. При этом гелий адиабатически расширяется в трубах, охлаждается и проходит через теплообменники 7 и 8 и регенератор, охлаждая их. Сопротивления

диафрагм 13 и 14 подобраны таким образом, чтобы скорость изменения потока газа из буферного объема отставала от скорости изменения давления в пульсационной трубе по времени на $\sim 1/4$ времени цикла. Поток гелия из буферного объема поступает в трубы при температуре окружающей среды.

Второй этап. Закачка гелия в регенератор. При этом гелий высокого давления проходит через регенератор, охлаждается в нем за счет холодильного эффекта предыдущих циклов, далее проходит через теплообменники 7 и 8 в трубы 9 и 10. Газ в трубах сжимается, возникает градиент температуры - в верхней части труб гелий нагревается выше температуры окружающей среды. Поскольку сопротивления диафрагм подобраны так, как указано выше, то по окончании сжатия появляется поток горячего газа в буферный объем, где он, газ, охлаждается до температуры окружающей среды.

Холодопроизводительности первой $Q1$ и второй ступени $Q2$, согласно [4], при допущении, что колебания давления относительно среднего давления гармонические, записываются уравнениями:

$$Q1 = \frac{1}{2} V_1 \Delta P = Q3 ; \quad (1)$$

$$Q2 = \frac{1}{2} V_2 \Delta P = Q4 ; \quad (2)$$

где ΔP - амплитуда гармонических колебаний давления; V_2 и V_1 - амплитуды колебаний объемного расхода через диафрагмы 12 и 13; $Q3$ и $Q4$ - тепло, рассеиваемое в буферных объемах.

Главным элементом криокулера является регенеративный теплообменник. В криокулерах в регенеративном теплообменнике второй ступени холодной головки используется свинец, по причине его низкой температуры Дебая (96 K), и, поэтому, высокой удельной теплоемкости по

отношению к другим материалам. Использование свинца позволяет достигать температурного уровня 8 К. Замещение свинца в нижней части регенеративного теплообменника сплавами с редкими землями – лантанидами - позволило достичь уровня 2,5 К. Это объясняется высокой удельной объемной теплоемкостью сплавов с лантанидами, которая становится сравнимой с удельной теплоемкостью гелия C_p [6, стр.163] при рабочем давлении криокулера в области ниже 15 К. Высокая теплоемкость лантанидов зависит от магнитной энтропии, связанной с процессом магнитного упорядочения [5]. Так в настоящее время в регенеративном теплообменнике криокулера для работы на гелиевом температурном уровне наряду со свинцом часто используется сплав $HoCu_2$, теплоемкость которого в зависимости от температуры представлена на рисунке 2 наряду с другими материалами.

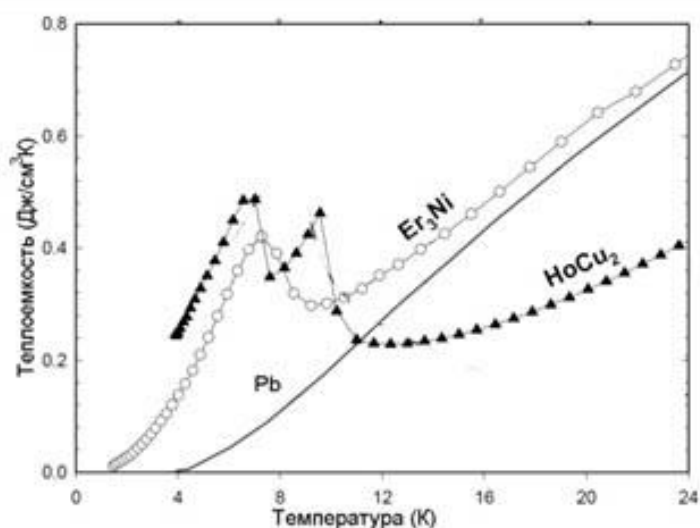


Рисунок 2 – Теплоемкость в зависимости от температуры материалов регенеративных теплообменников– $HoCu_2$, Er_3Ni [5], Pb [6, стр.168]

Особенности работы криокулера на пульсационных трубах таковы, что регулировка температуры холодной головки осуществляется посредством

изменения тепловой нагрузки. В этой связи при работе в верхнем диапазоне температур оказывается важным располагать нагреватель вблизи образца и подавать на него относительно небольшую мощность. С другой стороны, важно использовать низкотемпературные возможности криокулера при получении наиболее низкой температуры. Для этого необходимо, чтобы тепловой мост между второй ступенью криокулера и образцом был выполнен из материала, который имеет низкую теплопроводность при высоких температурах и высокую теплопроводность при низких температурах.

Этим свойством обладают металлы с малым содержанием примесей. Наиболее доступным материалом является медь. При теплопроводности 500 Вт/(м·К) в диапазоне температур (100-300) К, чистая медь имеет теплопроводность, достигающую $5 \cdot 10^3 \text{ Вт/(м·К)}$ при 10 К [6, стр.143].

В диапазоне температур ниже 4,2 К используются жидкие гелий-4, свойства которого описаны в книге Кеезома [7] и гелий-3, свойства которого описаны в книге Лоунасммаа [8]. Гелий-4 и гелий-3 имеют следующие свойства:

1. При атмосферном давлении температура жидкого гелия-4 - 4,2 К, критическая точка - 5,2 К при давлении насыщенных паров 2,26 бар, теплота испарения приблизительно равна 80 Дж/моль.
2. При атмосферном давлении температура жидкого гелия-3 - 3,1 К, критическая точка - 3,35 К при давлении насыщенных паров 1,15 бар, теплота испарения - 26 Дж/моль (при 0,3 К).
3. Гелий имеет одну электронную оболочку 2S типа с нулевым орбитальным моментом. Это приводит к тому, что он находится в атомарном состоянии, и взаимодействие между атомами мало, оба изотопа

имеют жидкую фазу при давлении насыщенных паров вплоть до температур близких к 0 К.

4. Жидкая фаза, а также фаза в надкритическом состоянии при низких (гелиевых) температурах обоих изотопов, являются квантовыми жидкостями.

5. Ядро атома ^4He имеет спин 0, и подчиняется статистике Бозе-Эйнштейна. Поэтому при откачке жидкого гелия-4 при температуре 2,17 К и давлении 0,0497 бар появляется сверхтекучая фаза - гелий II. Сверхтекучестью называется свойство жидкости протекать через тонкие щели без гидравлического сопротивления. Температура 2,17 К называется λ - точкой, характеризующаяся разрывом второго рода в производной теплоемкости от температуры – dC/dT . Ниже по температуре λ - точки наблюдается гигантская теплопроводность жидкого гелия, которая уменьшается с понижением температуры, однако остается больше, чем в жидком гелии-3 и растворах $^3\text{He}/^4\text{He}$ в капиллярах. Переход в сверхтекучее состояние в жидком гелии-4 происходит на λ - кривой в интервале температур и давлений между 2,172 К и 0,0497 бар и 1,76 К и 29,8 бар. λ – кривая ограничивает конечную температуру криокулеров замкнутого цикла, давление гелия в которых меняется от 5 до 22 бар в течение цикла. Гелий II имеет механокалорический и термомеханический эффекты, а также эффект образования сверхтекучей пленки, которые имеют прикладное значение. Сверхтекучесть гелия описывается феноменологической моделью, предложенной Ландау Л.Д. в 1941 г. [9].

6. Ядро атома ^3He имеет спин $1/2$. Растворенный ^3He в гелии II ведет себя согласно статистике Ферми-Дирака квазичастиц с массой $m^*=2.28m_3$, где m_3 - масса атома ^3He . Важной особенностью является факт конечности растворимости ^3He в ^4He (6,4% при $T=0$), что объясняется наличием

энергии Ферми идеального газа фермионов с эффективной массой m^* в энергии связи атома ^3He в разбавленном растворе - kT_F , где k – постоянная Больцмана, T_F – температура Ферми, равная 0,38 К.

7. ^3He имеет три сверхтекучие фазы при образовании квазичастицами со спином $1/2$ куперовских пар при температуре ниже 0,0026 К и диапазоне давлений (0 – 34) бар (верхняя точка фазового перехода) и температуре $0,9 \cdot 10^{-3}$ К и нулевом давлении (нижняя точка фазового перехода).

Диапазон температур (4,2 – 0,78) К обеспечивается путем откачки паров жидкого ^4He и ограничивается как скоростью откачки, так и наличием сверхтекучей пленки. Сверхтекучая пленка поднимается по трубе откачки, испаряется и препятствует уменьшению давления при откачке. По этой причине практическое ограничение температуры при откачке паров жидкого ^4He происходит при (1,1 - 1,2) К.

Диапазон температур (3 – 0,25) К обеспечивается путем откачки паров жидкого ^3He , например, крионасосом с активированным углем. Ограничение температуры здесь связано лишь со скоростью откачки и величиной теплопритока к жидкому ^3He .

Давление паров ^3He или ^4He над жидкостью определяется из уравнения Клаузиуса-Клапейрона для идеального газа (3) [8, стр.16-17]:

$$dP/dT = L(T) P / RT^2, \quad (3)$$

где P – давление паров, T – температура жидкости, $L(T)$ – теплота испарения.

Интегрирование при предположении, что $L(T) = \text{const}$ дает:

$$P \sim P_n e^{-L/R}, \quad (4)$$

где $P_n \sim 1$ бар.

Поток массы через границу фаз и через насос в единицу времени пропорционален давлению пара, следовательно, холодопроизводительность увеличивается экспоненциально с повышением температуры.

Давление пара над гелием, адсорбированным активированным углем крионасоса, также описывается уравнением (3). Для работы крионасоса важной величиной является теплота адсорбции гелия (L_c). Если принять допущение, что теплота адсорбции и теплота испарения постоянны, то для изолированной системы, включающей в себя поверхность, на которой адсорбировался гелий при температуре T_C , и ванну с жидким гелием при температуре T_L при равенстве давления паров над этой поверхностью и ванной можно записать соотношение:

$$L_c T_C = L T_L. \quad (5)$$

Из этого соотношения следует, что при повышении температуры поверхности угля повышается температура жидкости. Этот принцип используется нами для регулировки температуры рефрижераторов с сорбционной откачкой. Для качественных оценок можно принять, что $L_c \sim 4 \cdot 10^2$ Дж/моль для обоих изотопов, ^4He и ^3He .

Диапазон температур (0,8 – 0,01) К обеспечивается методом растворения ^3He в ^4He , теоретические основы которого были представлены Лондоном [10].

На рисунке 3(b,d) показана фазовая диаграмма раствора ^3He в ^4He . Рассмотрим поведение раствора ^3He в ^4He с концентрацией ^3He $x_3 \sim (6,4-60)\%$, при начальной температуре 1,5 К. При понижении температуры сначала проходит λ – кривая, и раствор становится сверхтекучим. При последующем понижении температуры раствор попадает на кривую

расслоения с особой точкой 0,86 К. Ниже этой температуры кривая расслоения имеет левую и правую часть. На кривой расслоения получаются две фазы: слева – разбавленная фаза с концентрацией ^3He - x_d (слабый раствор ^3He в сверхтекучем ^4He), и справа – концентрированная фаза с концентрацией ^3He - x_c , (концентрированная фаза ^3He в ^4He не является сверхтекучей). Ниже кривой расслоения растворов ^3He в ^4He не существует. Если уменьшить равновесную концентрацию ^3He в разбавленной фазе, то она будет восполняться прохождением ^3He через границу расслоения из концентрированной фазы, аналогично испарению в вакуум с поглощением энергии. Обогащение разбавленной фазы гелием-3 посредством удаления из него гелия-4 происходит с выделением энергии.

Существуют два типа рефрижераторов растворения ^3He в ^4He - с циркуляцией ^3He (впервые реализован Негановым Б.С., Борисовым Н.С. и Либургом М.Ю. в 1966 г. в Объединенном институте ядерных исследований в Дубне, Россия [11]) и с циркуляцией ^4He (впервые реализован Таконисом К.В., Пеннингсом Н.Х., Дасом П. и Оуботером Б. в 1971г. в Лейденском университете в лаборатории им. Камерлинг-Оннеса, Нидерланды [12]).

Рефрижератор растворения ^3He в ^4He с циркуляцией ^3He (рисунок 3 (a,b), [13]) состоит из ванны испарения с теплообменником, рекуперативного теплообменника между ^3He и разбавленной фазой ^3He в ^4He , камеры растворения. Жидкий

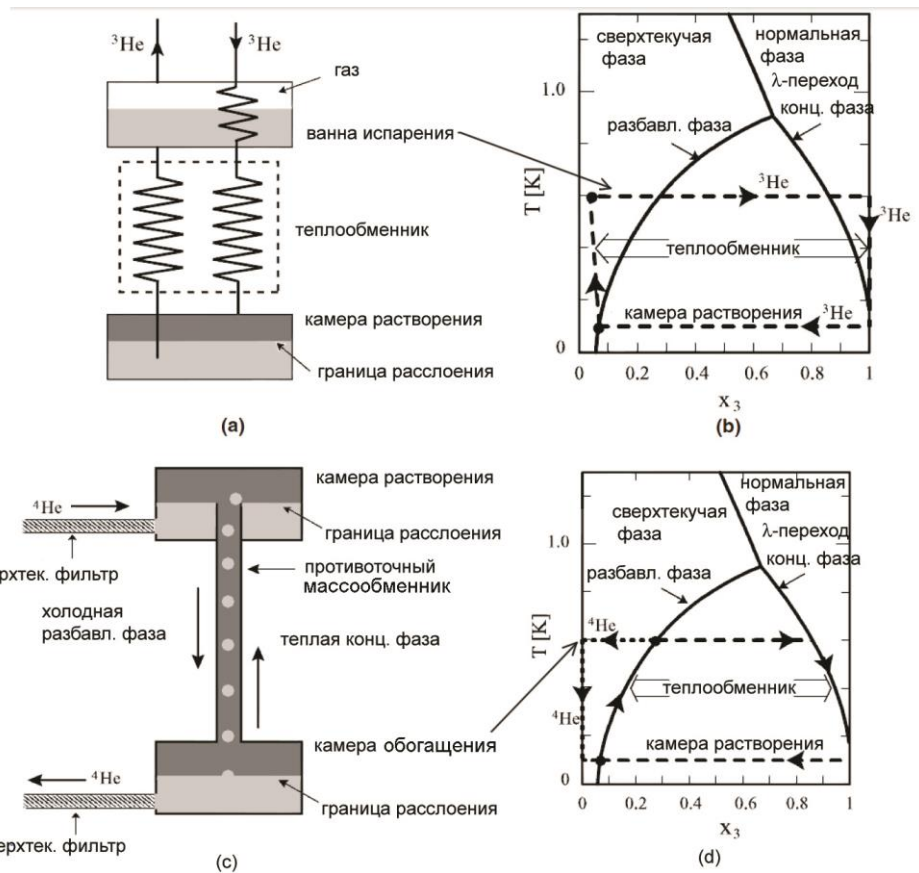


Рисунок 3 - Фазовая диаграмма растворов $^3\text{He}/^4\text{He}$ и принцип работы рефрижератора растворения $^3\text{He}/^4\text{He}$

гелий ^3He поступает в капилляр теплообменника ванны испарения, далее проходит через теплообменник в камеру растворения, где проходит через границу расслоения в разбавленную сверхтекучую фазу ^3He в ^4He . Далее через нее и теплообменники в ванну испарения, где находятся пары ^3He и ^4He при парциальных давлениях P_3 и P_4 соответственно при температуре ванны испарения. Температура ванны испарения обычно поддерживается (0,7 -1) К при помощи нагревателя. Оценим отношение P_3/P_4 . Согласно таблицам давления паров ^3He и ^4He [6, стр.111-112] при температуре 0,7 К $P_3/P_4 = 614$. Это означает, что при откачке насыщенных паров гелия ванны испарения за счет испарения присутствие ^4He в потоке незначительно. Однако труба откачки ванны испарения покрыта сверхтекучей пленкой

гелия II, по которой переносится ^4He в количестве $\sim 10^{-5}$ моль/сек на 1 см периметра трубки откачки в направлении более высокой температуры, чем температура ванны испарения. Для подавления переноса по пленке используют испарители пленки и диафрагмирование сечения трубки откачки. Испарители пленки располагают так, что пары ^4He конденсируются в ванне испарения. При применении этих мер практическое присутствие ^4He в потоке составляет около 1 % для циркуляций ^3He ($10^{-4} - 5 \cdot 10^{-4}$) моль/сек при указанных выше температурах ванны испарения.

Скорость циркуляции ^3He прямо пропорционально связана с мощностью, выделяемой на нагревателе ванны испарения. Пары ^3He откачиваются вакуумным насосом. Далее гелий-3 возвращается через капилляр в теплообменник ванны испарения, теплообменники и камеру растворения.

Холодопроизводительность рефрижератора с откачкой ^3He в области температур выше 0,5К значительно превосходит холодопроизводительность рефрижератора растворения, которая линейно растет с температурой.

Рефрижератор растворения ^3He в ^4He с циркуляцией ^4He (рисунок 3(с,d)) состоит из двух сверхтекучих фильтров (верхний и нижний), камеры растворения, противоточного массообменника, и камеры обогащения. Жидкий ^4He , предварительно охлажденный при помощи рефрижератора с откачкой паров ^3He , поступает в верхний сверхтекучий фильтр, откуда гелий II поступает в камеру растворения, а затем, далее в виде капель через противоточный массообменник в камеру обогащения. ^3He растворяется в каплях гелия II с поглощением энергии. В камере

обогащения ^3He переходит через границу расслоения из разбавленной фазы в концентрированную фазу, так как гелий II выводится через сверхтекучий фильтр. После сверхтекучего фильтра гелий II откачивается посредством эффекта фонтанирования. Камера обогащения охлаждается при помощи рефрижератора ^3He , так как процесс обогащения разбавленного раствора гелием-3 на кривой расслоения происходит с выделением энергии.

Теплота процесса растворения $\dot{Q}$ в зависимости от температуры T_M камеры растворения (или холодопроизводительность) для области ниже 50 мК рефрижератора с циркуляцией ^3He записывается [8] в виде:

$$\dot{Q} = \dot{n}_c k T_M^2, \quad (6)$$

где $\dot{n}_c$ - массовый поток (моль/сек) ^3He через границу расслоения; k - коэффициент, равный 82 Дж/(мольК²).

Если принять $x_c / x_d \approx 15$, и поскольку $x_d \dot{n}_d \approx x_c \dot{n}_c$ [12], где $\dot{n}_d$ - массовый поток ^4He , то для рефрижератора растворения с циркуляцией ^4He при температурах ниже 50 мК холодопроизводительность можно оценить по формуле:

$$\dot{Q} \approx \dot{n}_d l T_M^2, \quad (7)$$

где $\dot{n}_d$ - массовый поток (моль/сек) ^4He через границу расслоения, l - коэффициент, равный 5 Дж/(мольК²).

Рефрижераторы растворения с циркуляцией ^3He получили наибольшее распространение. В настоящей диссертации рассматривается рефрижератор растворения с циркуляцией ^3He .

2. Мотивация исследования.

1. В экспериментах с использованием динамической поляризации ядер водорода в спиртах, обзор которых дан в работе Херинги [14], и которые проводятся в области температур (0,5 – 0,1) К, при накачке поляризации посредством сверхвысокочастотного электромагнитного излучения (СВЧ) возникает теплоприток величиной примерно (0,5 - 1) Вт/см³ вещества. Обычно для этих экспериментов используются криостаты с рефрижератором растворения с большой скоростью циркуляции. В настоящей работе предлагается альтернативное решение - криостат, в котором установлено два рефрижератора, растворения ³He в ⁴He и откачки гелия-3, при этом камера растворения первого соединена с испарителем второго посредством теплообменника. В представленном криостате достигается холодопроизводительность, которая равна сумме холодопроизводительностей обоих рефрижераторов.

2. При работе в диапазоне сверхнизких температур с использованием рефрижератора растворения ³He в ⁴He на нейтронных пучках возникает проблема потерь нейтронов из-за большого сечения захвата тепловых нейтронов (более 5000 барн) в ядерной реакции ³He(n,p)T [15]. Поэтому необходимо, чтобы ³He находился вне траектории движения нейтронов. Также имеется необходимость быстрой замены образца без отогрева и разборки криостата при проведении экспериментов. В диссертации показано, каким образом трубка откачки испарителя рефрижератора откачки, соединенного с камерой растворения рефрижератора растворения, используется для перезагрузки образца без отогрева и разборки криостата, причем в экспериментах по рассеянию тепловых

нейтронов образец будет находиться в жидком гелии-4 вне пучка нейтронов.

3. Рефрижераторы с откачкой гелия-3 и с уровнем температуры 0,3 К востребованы для охлаждения болометров инфракрасного (ИК) излучения, что отражено в работах, например, Майани [16], Батии [17]. Наши работы были мотивированы разработкой матричного детектора (Выставкин [18]) с болометрами, чувствительным элементом которых является сверхпроводящий переход пленок титана при температуре около $3,5 \cdot 10^{-1}$ К. С точки зрения упрощения эксплуатации этого криостата важно отсутствие жесткой привязки к трубопроводам откачки и газовым коммуникациям. Этому требованию отвечают представленные в данной работе рефрижераторы с сорбционной откачкой гелия-3, в которых сорбционный насос является конструктивной составляющей рефрижератора. Использование жидкого гелия может быть ограничено, как, например, в экспериментальном зале нейтронного источника, или в астрономической обсерватории. По этой причине в данной работе предложен криостат с сорбционным рефрижератором с охлаждением криокулером замкнутого цикла.

4. Исследования структуры вещества при помощи тепловых нейтронов могут быть дополнены исследованиями поверхностей с использованием сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). Для получения представления о поверхности на атомарном уровне сканер СТМ необходимо держать на температурном уровне, который дает жидкий гелий-4. При этом возникают требования к криостату, который должен поддерживать температуру, необходимую для получения электронных спектров поверхностей, в течение 1-2 суток. Конструкция должна иметь минимальные акустические и вибрационные шумы, также должна быть

жесткой, что необходимо для работы сканера СТМ. Криостат должен быть прогреваемой до 200 °С системой для того чтобы обеспечивать уровень вакуума 10^{-10} мбар после охлаждения. Криостат с такими требованиями был предложен Окамото [19]. В настоящей работе предложен криостат оригинальной конструкции со значительно меньшим теплопритоком к жидкому гелию и, следовательно, увеличенным временем работы при той же емкости гелиевого бачка.

5. Исследования конденсированных сред при помощи тепловых нейтронов требуют использования криостатов с регулировкой температур от комнатной до гелиевой. Важным требованием при проведении таких экспериментов является возможность перезагрузки образца без отогрева криостата. Так как такие криостаты эксплуатируются в зонах специального радиационного доступа, например, в которых использование жидких гелия и азота затруднительно или запрещено, использование криокулеров замкнутого цикла является единственным решением, (Киричек [20]). В данной работе представлен ряд шахтных криостатов с вертикальной загрузкой образца без отогрева криостата с охлаждением криокулерами замкнутого цикла, отличающихся друг от друга диаметром канала для ввода образца и сконструированных для условий, заданных конкретными спектрометрами нейтронов.

Целью данной работы является разработка криостатов для ядерно-физических исследований, исследований физики поверхностей, а также для охлаждения болометров для астрофизических исследований.

Научная новизна работы

1. Впервые представлен криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором откачки $^3\text{He}/^4\text{He}$, камера растворения и испаритель которых соединены теплообменником.
2. Оригинальные конструкции криостатов с двухступенчатыми сорбционными рефрижераторами на откачке паров ^3He .
3. Оригинальная конструкция сверхвысоковакуумного гелиевого безазотного криостата с рекордно-малыми тепловыми потерями для длительной работы СТМ.
4. Оригинальные конструкции криостатов с охлаждением криокулерами замкнутого цикла для конкретных физических установок, расположенных на нейтронных источниках.

Практическая ценность работы

Автором разработан и создан ряд криостатов различной конструкции, которые внедрены в ОИЯИ и в нескольких российских исследовательских центрах, а также в КНР:

1. Криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором откачки $^3\text{He}/^4\text{He}$ позволяет проводить эксперименты в диапазоне температур (4,2 – 0,028) К. На этом криостате проведены измерения:

а) Электропроводности образцов $p\text{-InSb}(Mn)$ в зависимости от температуры и магнитного поля в диапазоне (4,2 – 0,04) К. Большая производная проводимости в зависимости от температуры позволила использовать один из образцов в качестве термочувствительного элемента

кремниевого теплового детектора ядерного излучения, работающего при сверхнизкой температуре.

б) Холодопроизводительностей в разных режимах работы, на основании которых был вычислен теплоприток к камере растворения по прямому вертикальному каналу, нижняя часть которого содержит жидкий гелий-4, жидкий гелий-3, раствор гелия-3 в гелии-4, что в дальнейшем позволило создать тонкопленочную полиэтиленовую поляризованную мишень с динамической поляризацией ядер водорода, охлаждаемую сверхтекучей пленкой гелия-4, для работы с поляризованными нейтронами в PSI (Швейцария).

2. Рефрижератор с откачкой ^3He с охлаждением криокулером находится в эксплуатации в ИРЭ РАН (г. Москва) с 2011 года. С его помощью проведены измерения сверхпроводящего перехода пленок титана – элементов матричного болометра субмиллиметрового диапазона электромагнитного излучения.

3. Криостат с системой охлаждения сканера туннельного микроскопа СТМ находится в эксплуатации с 2008 года в Институте общей физики, Москва (ИОФ РАН).

4. Шахтный криостат с диаметром шахты 20 мм используется в составе Порошкового дифракционного нейтронного комплекса (ПДК) в Мяньян, КНР в Институте ядерной физики и химии (ИЯФХ), Китай и находится там в эксплуатации с 2004 года.

5. Шахтный криостат с диаметром шахты 70 мм используется в составе спектрометра обратной геометрии НЕРА-ПР реактора ИБР-2 в ОИЯИ и находится в эксплуатации с 2007 года.

6. Шахтный криостат с диаметром шахты 120 мм используется в составе спектрометра нейтронов ДИСК на реакторе ИР-8 в РНЦ «Курчатовский институт» и находится в эксплуатации с 2010 года.

Автор защищает

1. Конструкцию криостата с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором откачки $^3\text{He}/^4\text{He}$, в котором камера растворения рефрижератора растворения и испаритель рефрижератора откачки находятся в тепловом контакте.
2. Конструкции автономных сорбционных двухступенчатых рефрижераторов с откачкой паров жидкого ^3He .
3. Конструкцию сверхвысоковакуумного безазотного гелиевого криостата для сканирующего туннельного микроскопа.
4. Конструкции шахтных криостатов с охлаждением криокулерами замкнутого цикла для спектрометров тепловых нейтронов.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались автором на различных международных и российских конференциях и совещаниях:

XVIII International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei (ISINN-18), Dubna, Russia, 2010; Twenty- Third International Cryogenic Engineering Conference and International Cryogenic Materials Conference 2010 (ICEC23-ICMC2010) Wroclaw, Poland, 2010; 8th International Workshop on Sample Environment @ Neutron Scattering Facilities, Oxfordshire and ISIS, Great Britain, 2014; XXI Совещание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния, РНИКС-2010, (Москва, 2010); VII Национальная конференция "Рентгеновское, Синхротронное

излучение, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов" РСНЭ_НБИК, Москва, 2009.

Публикации

Основное содержание работы отражено в 6 статьях в реферируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК, в 3 сообщениях и препринтах ОИЯИ, 5 трудах научных конференций и одном патенте.

Личное участие автора в получении научных результатов

Все представленные в диссертации разработки криостатов проводились в Объединенном институте ядерных исследований.

1. Автор внес основной вклад в разработку низкотемпературной ступени криостата с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и испарения ^3He / ^4He в соавторстве с Киселевым Ю.Ф.; измерения холодопроизводительности, измерения теплопритока и измерения электрических свойств $p\text{-InSn}(Mn)$ проведены автором.
2. Автор внес основной вклад в детальную проработку конструкций сорбционных рефрижераторов, разработанным в соавторстве с Трофимовым В.Н.. Температурные измерения режимов работы этих рефрижераторов проведены с непосредственным участием автора.
3. Автор внес определяющий вклад в разработку конструкции криостата для охлаждения СТМ.
4. Конструкции шахтных криостатов предложены непосредственно автором.
5. Автор принимал активное участие в обсуждении результатов и подготовке публикаций по всем, вошедшим в диссертацию разработкам.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения, изложена на 136 страницах машинописного текста, содержит 60 рисунков. Список используемой литературы содержит 73 наименования.

В **первой главе** дается краткий обзор рефрижераторов растворения ^3He в ^4He с центральным каналом для ввода образца в зону сверхнизкой температуры. Представлен криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He и рефрижератором испарения (гелия-3 или гелия-4), камера растворения и испаритель которых соединены теплообменником.

Во **второй главе** дается разбор и рассмотрен принцип работы сорбционных рефрижераторов с откачкой гелия-3 для работы на температурном уровне 0,3 К.

Представлен рефрижератор в виде вставки в погружной гелиевый криостат со сверхпроводящим магнитом; рефрижератор, интегрированный в гелиевый криостат с размещением образцов в вакуумном объеме криостата; рефрижераторы с охлаждением криокулером замкнутого цикла на пульсационных трубах.

В **третьей главе** представлен безазотный гелиевый криостат с малыми тепловыми потерями. Приводятся экспериментальные результаты по исследованию работы этого криостата. Криостат используется для охлаждения сканирующего туннельного микроскопа СТМ. Приводятся свойства этого микроскопа.

В четвертой главе представлены шахтные криостаты с охлаждением криокулерами замкнутого цикла для работы на спектрометрах тепловых нейтронов. Приводятся экспериментальные результаты по исследованию работы этих криостатов.

ГЛАВА 1. РАЗРАБОТКА КРИОСТАТА С РЕФРИЖЕРАТОРОМ РАСТВОРЕНИЯ ^3He в ^4He и ИСПАРЕНИЯ $^3\text{He}/^4\text{He}$

1.1 Постановка задачи

При работе в области сверхнизких температур, которые обеспечиваются методом растворения ^3He в ^4He , на спектрометрах тепловых нейтронов имеется проблема, связанная с потерями нейтронов при прохождении через жидкие растворы $^3\text{He}/^4\text{He}$ из-за большого сечения захвата в реакции $^3\text{He}(n,p)\text{T}$, которое равно 5333 барн [15] для энергии теплового нейтрона 0,0253 эВ.

Оценим длину пробега нейтрона L в жидком ^3He по формуле:

$$L = 1/(n_0\sigma),$$

(1.1)

где n_0 – концентрация ^3He , σ – сечение реакции $^3\text{He}(n,p)\text{T}$. Если принять $n_0 = N_A / V_{\text{моль}}$, где N_A – число Авогадро, $V_{\text{моль}} = 37 \text{ см}^3$ – объем одного моля жидкого ^3He , то $L \approx 10^{-2} \text{ см}$. Для 10% раствора ^3He в ^4He $L \approx 10^{-1} \text{ см}$.

Полное сечение рассеяния на ^4He для тепловых нейтронов равно 1,34 барн, которое состоит на 100% из когерентного рассеяния [15]. Для задач,

в которых нельзя пренебречь рассеянием на ^4He , или задач, связанных с рассеянием на ^4He , образец следует располагать в вакууме. В этом случае, для замены образца, необходимо полностью отогреть установку и произвести полную разборку тепловых и вакуумных экранов, что является трудоемким решением, а также не позволяет экономить время работы реактора.

Однако эксперименты, в которых, можно пренебречь рассеянием нейтронов на ^4He , и образец может находиться в ^4He , позволяют предложить криостат, в котором можно производить смену образца без разборки криостата, при этом размещать образец в свободной от ^3He зоне.

Другой задачей является увеличение холодопроизводительности в области температур выше 0,4 К, которая требуется в протонных поляризованных мишенях с динамической накачкой поляризации [Джеффрис, 21] в физике атомного ядра и элементарных частиц.

Рассмотрим суть экспериментов с динамической поляризацией ядер. В качестве вещества мишеней используются диэлектрики, содержащие большое количество водорода, например, спирты в твердом состоянии с аморфной структурой. При сверхнизких температурах времена релаксации ядерных спинов в диэлектриках достигают сотен часов. Это означает, что спиновая система ядер водорода оказывается изолированной от решетки. Оценим поляризацию P_s электронных спинов и ядерных спинов по формуле

$$P_s = th\left(\frac{h\gamma_s H_0}{2kT_0}\right), \quad (1.2)$$

где T_0 - температура, H_0 - величина магнитного поля, γ_s - гиромагнитное отношение для электрона, k - постоянная Больцмана, h – константа Планка. При температуре 1 К и поле 2 Тл поляризация электронных спинов составит 0,87. При тех же условиях поляризация спинов протонов (в формуле (1.2) P и γ с индексом p) составит 0,02, поскольку $\gamma_s/\gamma_p \cong 660$.

Для работы метода динамической поляризации в спирты вводятся парамагнитные примеси, например, Cr^{+5} . В высокочастотном электромагнитном поле (СВЧ) при частоте, соответствующей линии поглощения взаимодействия спинов электронов и ядер на кривой электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) парамагнитных ионов, поляризация электронов достигает практически 100%. Увеличение величины поляризации ядер происходит за счет взаимодействия ядерных и электронных магнитных моментов. При данных условиях методом динамической поляризации можно увеличить поляризацию ядер водорода примерно в 250 раз, т.е. довести ее до уровня 0,5. Понижая температуру решетки до 0,1К можно достигнуть почти полной (± 0.98) поляризации протонов.

С целью увеличения ядерной поляризации и скорости ее накачки могут проводиться эксперименты с изменением температуры в диапазоне температур (0,4 – 1) К и величины магнитного поля до 5 Тл [14], [Алфименков, 22]. В процессе облучения СВЧ за счет диэлектрических потерь подводится теплоприток величиной примерно (0,5 – 1,5) Вт/см³ вещества. Поэтому требуется разработать криостат с большой холодопроизводительностью, которую можно получить либо рефрижератором растворения с большой скоростью циркуляции, либо рефрижератором с откачкой гелия-3. Также возникает вариант использования в криостате обоих методов. Кроме того необходимым

условием проведения таких экспериментов является наличие ввода образца в холодную зону рефрижератора, уже имеющего низкую температуру, так как образцы для мишени – спирты – хранятся в виде сферических гранул в замороженном состоянии при азотной температуре (77 K).

Рассмотрим несколько аналогов разрабатываемого нами рефрижератора.

В работе [Ван Ден Брандт, 23] рефрижератор растворения (рисунок 1.1), используемый для работы с холодными нейтронами и микроволновой накачкой поляризации ядер образца, имел камеру образца, наполняемую жидким ^4He . Однако для смены образца требовалась разборка криостата. Основным результатом этой работы является то, что образец, находящийся в жидком ^4He , облучаемый СВЧ, может эффективно охлаждаться через теплообменник камерой растворения.

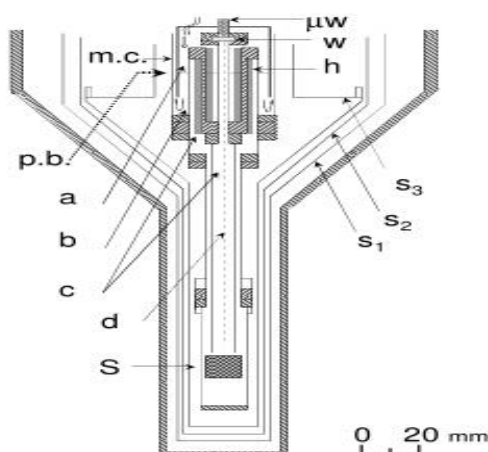


Рисунок 1.1 - Схема низкотемпературной части с камерой растворения [23]. Здесь (a) – концентрированная ^3He , (b) – разбавленная фаза, (p.b)-граница расслоения, (μW) – волновод, (w) – сапфировое окно, (h) –теплообменник между камерой растворения и камерой образца, (s) – образец в жидком ^4He

Рассмотрим теперь рефрижераторы растворения, в которых можно менять образец без разборки криостата.

Обычно проблема замены образца без отогрева и разборки криостата решается при помощи комбинированного рефрижератора растворения [Павлов, 24 и 25] или коммерческого варианта такого рефрижератора, выпускаемого фирмой Oxford Instruments ["Kelvinox®TLM, Top-loading into liquid dilution refrigerator", <http://www.oxford-instruments.com>], где образец вводится внутрь камеры растворения в разбавленный раствор ^3He в ^4He при помощи держателя через вертикальный канал, который соединяет камеру растворения и ванну испарения. Эти рефрижераторы нельзя использовать в экспериментах по рассеянию тепловых нейтронов, так как образец вводится непосредственно в раствор ^3He в ^4He .

Известно несколько рефрижераторов растворения для исследований рассеяния нейтронов с вертикальным каналом для ввода образца и его расположения в камере свободной от ^3He , находящейся в тепловом контакте с камерой растворения. В работе [Рубо, 26] (рисунок 1.2) канал выхода разбавленной фазы из камеры растворения представляет собой тонкий зазор. Этот канал образуется камерой образца, присоединенной к держателю, который вводится в камеру растворения коаксиально. Здесь образец располагается внутри держателя в вакууме в освобожденном от раствора $^3\text{He}/^4\text{He}$ пространстве, и охлаждается при помощи теплового контакта с дном держателя.

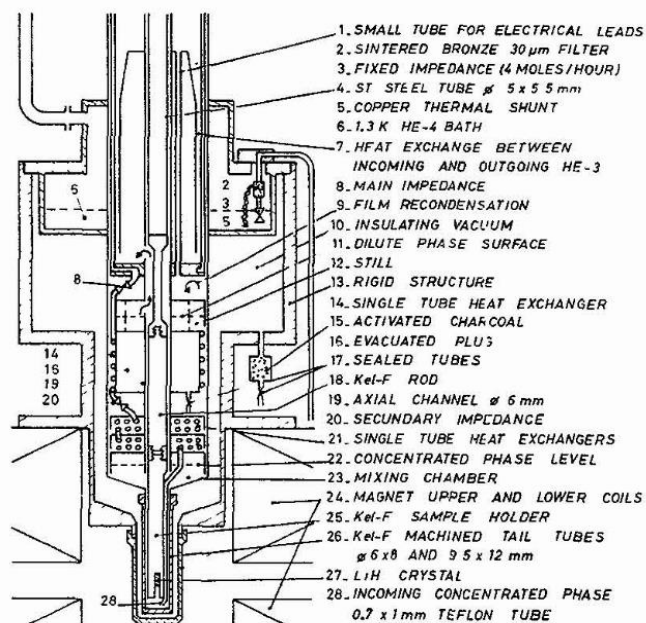


Рисунок 1.2 - Схема рефрижератора [26]

В этой конструкции имеются некоторые потери нейтронов, так как невозможно получить зазор с полностью вытесненным раствором $^3\text{He}/^4\text{He}$.

В работе [Хилтон, 27] к камере растворения присоединена отдельная камера образца, в которую через вертикальный канал вводится держатель образца, причем образец находится в нижней части держателя снаружи. В этот канал с целью получения теплового контакта образца со стенками камеры подается некоторое количество ^4He , достаточное для образования сверхтекучей пленки. На рисунке 1.3 представлена схема этого рефрижератора. В данной конструкции камера образца и вертикальный канал полностью герметичны по отношению к частям рефрижератора растворения. Держатель находится в тепловом контакте с вертикальным каналом ниже ванны испарения, полностью перекрывая здесь его сечение.

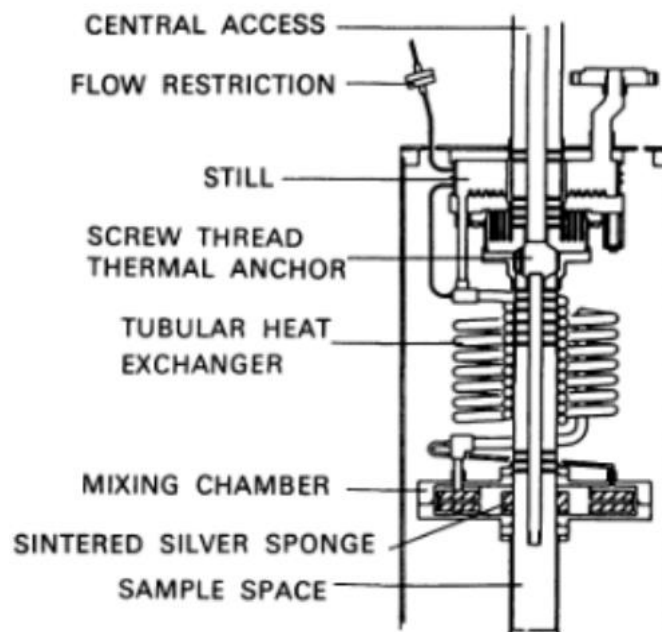


Рисунок 1.3 - Схема низкотемпературной части [27]

Все эти конструкции основаны на использовании одного цикла охлаждения, а именно растворения ^3He в ^4He .

Для решения вопроса перезагрузки образца без размораживания криостата и его разборки, увеличения холодопроизводительности при температурах выше 0,4 К, в диссертации предлагается криостат с рефрижератором растворения и рефрижератором испарения гелия-3, камера растворения и испаритель которых соединены теплообменником, а испаритель имеет канал откачки в виде вертикальной цилиндрической трубки, по которой образец можно ввести внутрь испарителя. Это дает следующее:

- Во – первых, эффективное предварительное охлаждение в парах гелия.

- Во – вторых, увеличение холодопроизводительности, которая складывается из суммы холодопроизводительностей циклов растворения и испарения.
- В третьих дает возможность работы в диапазоне температур от гелиевых до сверхнизких.
- Работу с тепловыми нейтронами без потерь в реакции ${}^3\text{He}(n,p)\text{T}$.

Для экспериментов с динамической поляризацией ядер этот канал должен оставаться открытым, после введения образца, а в испарителе должен находиться гелий-3. Для экспериментов с тепловыми нейтронами канал закрывается плотно держателем образца, а в испаритель конденсируется гелий-4.

В данной главе представлен криостат, имеющий два рефрижератора - растворения ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ и откачки ${}^3\text{He}$ / ${}^4\text{He}$.

1.2 Конструкция низкотемпературной ступени и теплообменников

Схема и фотография низкотемпературной части криостата представлена на рисунке 1.4. Она содержит следующие элементы рефрижератора растворения ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$, а именно: 1К - ванну 1, ванну испарения 2 с трактом откачки 3, непрерывный 4 и дискретный 5 теплообменники, камеру растворения ${}^3\text{He}$ в ${}^4\text{He}$ 6 и контур циркуляции ${}^3\text{He}$ 7, в который входят конденсатор ${}^3\text{He}$ 8, теплообменник 9 в ванне испарения и дроссель 10 - капилляр длиной 40 см и внутренним диаметром 0,2 мм. Подвод жидкого гелия из гелиевого криостата в 1К-ванну осуществляется через дроссель 11 по изолированной трубке 12.

Элементами, относящимся к рефрижератору откачки $^3\text{He} / ^4\text{He}$, являются: испаритель 13, который через теплообменник 14 имеет тепловой контакт с камерой растворения 6, тракт откачки 15 испарителя 13, вторая линия конденсации гелия 16, включающая конденсатор 17, дроссель 18 и нагреватель 19 жидкого гелия, поступающего в сборник 13. Тракт откачки 15 выполнен из трубки диаметром 12 мм с толщиной стенки 0,2 мм из нержавеющей стали X18H10T, которая имеет тепловые контакты с 1К-ванной, ванной испарения, теплообменниками 5. Внутри тракта откачки 15 расположены радиационные экраны 20. Теплообменник 14 представляет собой медный цилиндр, на который как со стороны испарителя 13, так и со стороны камеры растворения 6 напечен медный порошок.

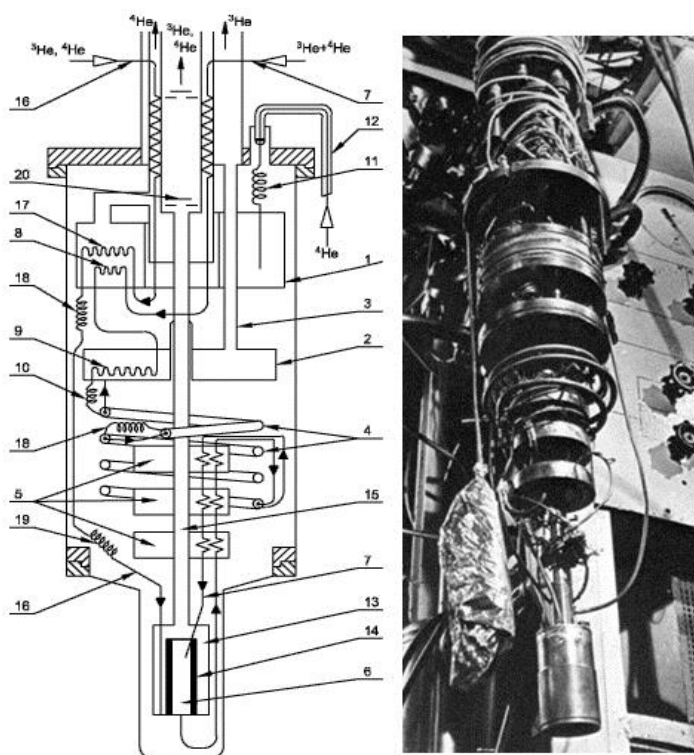


Рисунок 1.4 - Схема [A1], [B1] и фотография
низкотемпературной части

Непрерывный теплообменник изготовлен аналогично теплообменнику, предложенному Фроссати [28 и 29]. Наш непрерывный теплообменник состоит из двух секций длиной 1 м и 0,5 м. Для изготовления секции стальной (X18H10T) капилляр диаметром 2 мм с толщиной стенки 0,5 мм навивается на стальную проволоку диаметром 2 мм виток к витку. Эта проволока в дальнейшем удаляется. В результате деформации капилляра после намотки его поперечное сечение представляет узкую щель, которая служит каналом для прохода концентрированной фазы ^3He . Полученная таким образом спираль вставлялась в трубку наружным диаметром 5 мм с толщиной стенки 0,3 мм, закрывалась герметично концевыми медными патрубками. Затем секции сворачивались в спираль диаметром 100 мм. Каналы для концентрированной фазы соединялись между собой дросселем - капилляром длиной 100 см и внутренним диаметром 0,4 мм. Площадь поверхности теплообмена основной секции со стороны концентрированной фазы составляет 188 см^2 , со стороны разбавленной фазы 214 см^2 , дополнительной секции – 66 см^2 и 75 см^2 соответственно. Такой непрерывный теплообменник при скорости циркуляции $0,3\text{ ммоль}\cdot\text{с}^{-1}$ позволил достичь температуры 39 мК в эксперименте с отсоединенным испарителем 13 от тракта откачки 15. После подсоединения тракта откачки к испарителю появлялся теплоприток, который повышал температуру камеры растворения до 52 мК.

С целью понижения конечной температуры устройства последовательно с непрерывным теплообменником был установлен трехступенчатый дискретный теплообменник. Схема одного из блоков теплообменника приведена на рисунке 1.5. Блок состоит из медной подложки 1, на которую с обеих сторон напечен сферический медный порошок 2, со средним диаметром 40 мкм, использованное количество которого дало площадь поверхности теплообмена по $0,5\text{ м}^2$ с каждой из сторон, и двух медных крышек 3, 4. Для входа и выхода концентрированной и разбавленной фаз в крышки 3 и 4 впаяны патрубки 5 и 6. Блоки устанавливались на тракте откачки 7 испарителя с помощью трубки 8, припаянной к крышке теплообменника 4.

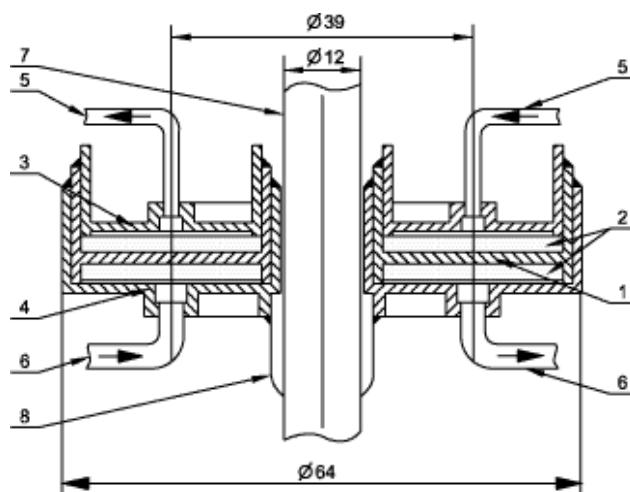


Рисунок 1.5 - Конструкция блока ступенчатого теплообменника [A1], [B1]

1.3 Система откачки и газовые коммуникации

На рисунке 1.6 представлена схема откачных и газовых коммуникаций [B1] данной установки.

По своему функциональному назначению схема состоит из двух контуров циркуляции ^3He , ^4He (Контур 1,2), насосной группы для обеспечения циркуляции газа по каждому контуру, секции вакуумных испытаний, секции измерения давлений. В систему циркуляции газа входят охлаждаемые жидким азотом ловушки NC1, NC2 для очистки циркулирующего газа в каждом контуре, бустерный насос NH1 - НВБМ-2500 с ловушкой масляных паров BL1, форвакуумный насос NI1 - НВЗ-20 и откачной агрегат NP1 - АВР-150. В секцию вакуумных испытаний входят диффузионный ND1, форвакуумный NI4 насосы и гелиевый течеискатель. Для измерения давления используются оптические дифференциальные манометры P1 и P2. Откачка 1К-ванны осуществляется насосом NI3 - НВЗ-75. Вспомогательные операции по перекачке газа выполняются при помощи герметизированного насоса N12 - НВГ-2. Для хранения чистого

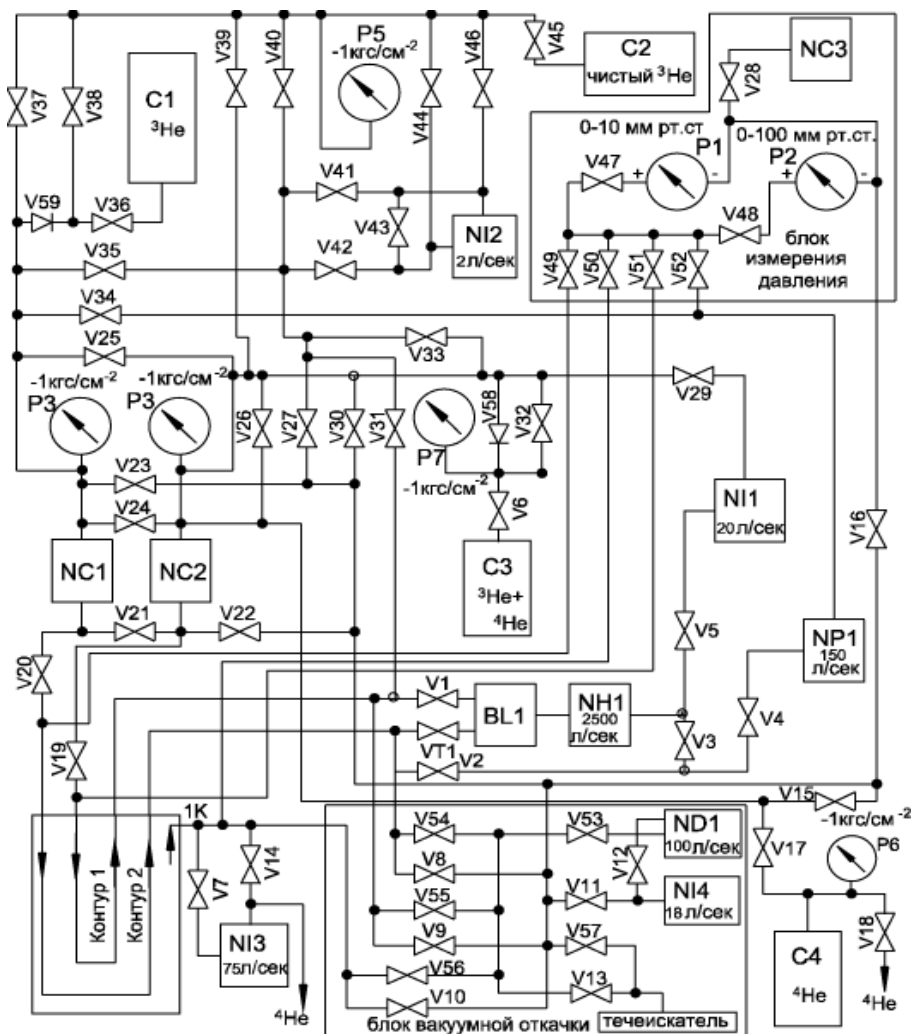


Рисунок 1.6 - Схема откачных и газовых коммуникаций [B1]

^3He и смеси изотопов используются три баллона. В баллоне C1 объемом 50л хранится ^3He , используемый для подбора смеси ^3He - ^4He , в баллоне C2 объемом 150л - чистый ^3He для рефрижератора откачки и в C3 объемом 150 л - смесь ^3He и ^4He для рефрижератора растворения. Дифференциальные клапаны V58, V59 рассчитаны на перепад давления 0,5 атм.

1.4 Экспериментальные результаты

Криостат может работать в следующих режимах: с рефрижератором растворения ^3He в ^4He , с рефрижератором откачки ^3He или ^4He , и с обоими рефрижераторами, работающими одновременно.

При работе только рефрижератора откачки реализуется область температур выше 0,4 К. В совместном режиме, т.е. при одновременно включенных рефрижераторах откачки и растворения, суммарная холодопроизводительность криостата при $0,4 < T < 0,75$ К превосходит холодопроизводительность цикла растворения ^3He в ^4He .

При охлаждении путем растворения ^3He в ^4He при нахождении в испарителе слабого раствора ^4He в ^3He измерялась температурная зависимость теплопритока к камере растворения за счет испарения сверхтекучей пленки в теплой части криостата и последующей конденсации гелия в испаритель.

Также оценен теплоприток за счет газообразного ^3He в тракте откачки испарителя.

В случае, если испаритель вакуумирован, устройство представляет собой обычный рефрижератор растворения ^3He в ^4He , который имеет следующие основные характеристики: а) минимально достижимая температура составляет 28 мК при циркуляции $0,3 \text{ ммоль} \cdot \text{с}^{-1}$, определяется в основном теплопритоком, вносимым трактом откачки испарителя; б) можно достичь циркуляции до $2,5 \text{ ммоль} \cdot \text{с}^{-1}$ с откачкой ванны испарения насосом НВБМ-2500, при этом конечная температура будет 40 мК, и циркуляции до $2 \text{ ммоль} \cdot \text{с}^{-1}$ - с откачкой АВР-150 с конечной температурой

45 мК,; в) время охлаждения от 0,45 К до 0,14 К составляет 12 мин при циркуляции 1 ммоль•с⁻¹ и около 1 часа от 0,14 К до 28 мК при циркуляции 0,4 ммоль•с⁻¹.

На рисунке 1.7 приведены графики холодопроизводительности рефрижератора. Если в испаритель сконденсирован ⁴He, то достигнутая температура камеры растворения составляет 0,12 К. Если в испаритель сконденсировать ³He, то температура ванны растворения – около 100 мК.

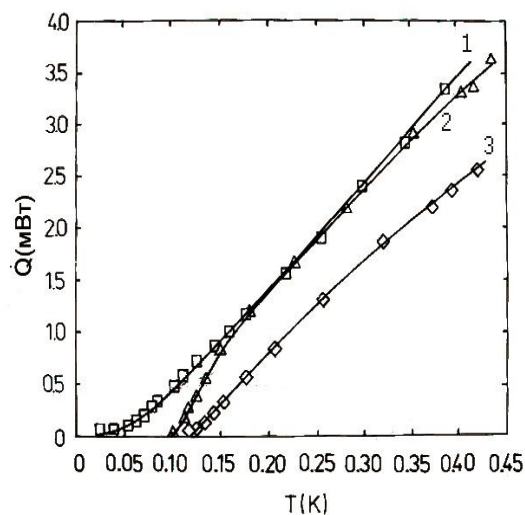


Рисунок 1.7 - Холодопроизводительность рефрижератора растворения [A1], [B1]. Здесь 1 - в испарителе вакуум, 2 - в испарителе ³He, 3 - в испарителе ⁴He

Теплоприток к камере растворения рассчитывается как разность холодопроизводительностей (рисунок 1.7) 1 и 2, или 1 и 3. Как видно из графиков, в случае, если в испарителе ^4He (1) теплоприток из-за наличия сверхтекучей пленки не изменяется в диапазоне $0,12 \leq T \leq 0,22$ К, что может указывать на неизменную скорость переноса массы ^4He по пленке в этой области температур. Другая зависимость теплопритока от температуры наблюдается, когда в испарителе находится жидкий ^3He (2). Надо понимать, что в данном случае в испарителе находится слабый раствор ^4He в ^3He . Здесь теплоприток при $T \leq 0,17$ К возрастает с понижением температуры. Если принять $T = 0,17$ К за температуру расслоения смеси ^3He и ^4He , то, следуя [Эдвардс, 30], можно определить молярную концентрацию ^3He – x_3 в концентрированной фазе по формуле:

$$1-x_3 = 1,13 T^{3/2} \exp(-0,71/T), \quad (1.3)$$

где $[T]$ в К, то есть $x_3 = 0,999$, что хорошо согласуется с техническими данными на используемый ^3He . После очистки ^3He от ^4He в этом режиме была достигнута температура 58 мК. Очистка осуществлялась следующим образом: испаритель с жидким ^3He (слабый раствор ^4He в ^3He) частично откачивался в емкость хранения чистого ^3He при помощи насоса НВБМ-2500 при температуре 0,8 К, при этом остающийся раствор обогащался гелием-4. Остатки жидкости затем удалялись при отогреве в другую емкость хранения, и испаритель откачивался до глубокого вакуума. Фактически получилась ректификационная колонка [Григорьев, 31] для получения чистого ^3He .

Можно сделать предположение, что по мере повышения температуры теплоприток к камере растворения за счет теплопроводности газа в тракте

остается пренебрежимо малым вплоть до $T=0,35$ К, затем только возрастает до 0,05 мВт при $T=0,45$ К.

Если отогреть испаритель до уровня 1,5 К, то слабый раствор ^4He в ^3He или чистый ^4He легко удаляется откачкой паров при помощи вакуумного насоса. Таким образом, процедура заполнения испарителя и его вакуумирование может быть повторена многократно. После вакуумирования испарителя теплоприток к камере растворения становится минимальным, и рефрижератор восстанавливает свои характеристики.

На рисунке 1.8 приведены графики холодопроизводительности $\dot{Q}(T)$ в диапазоне температур (0,45 - 0,75) К. Указанный диапазон температур можно получить в испарительном, растворительном и совместном режимах охлаждения. В испарительном режиме зависимость холодопроизводительности от температуры получена с эффективной скоростью откачки $4,5 \text{ л}\cdot\text{с}^{-1}$. В совместном режиме холодопроизводительность рефрижератора суммируется из холодопроизводительностей обоих рефрижераторов. Обычно для понижения концентрации ^4He в тракте откачки ванны испарения температура последней поддерживается на уровне (0,6 - 0,75) К. Работа с “перегретой” ванной испарения - выше 0,75 К - характерна для рефрижераторов растворения, применяемых для поляризованных мишеней в режиме накачки поляризации, которая характеризуется значительным тепловыделением. В области температуры ванны испарения выше 0,75 К следует работать только с откачным агрегатом NP1 - АВР-150, т.е. меньшей геометрической скоростью откачки, при этом необходимая циркуляция определяется мощностью нагрева ванны испарения.

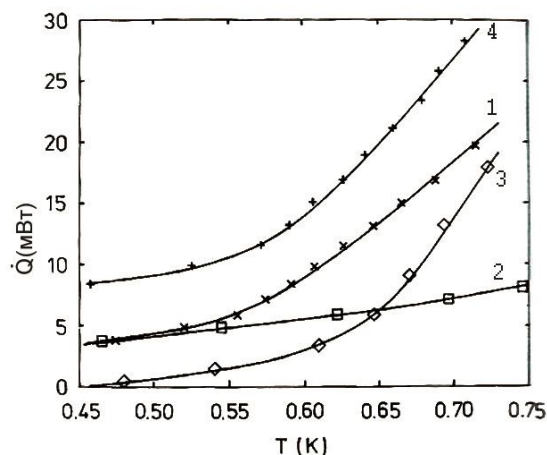


Рисунок 1.8 - 1, 4 - холодопроизводительность устройства при одновременной работе рефрижератора растворения и откачки с ^3He [A1], [B1]; 2 - холодопроизводительность рефрижератора растворения, в испарителе - ^3He при нулевой скорости откачки; 3 – холодопроизводительность рефрижератора откачки, скорость циркуляции рефрижератора растворения равна нулю; в режимах 1 и 2 температура ванны испарения 0,9 К, в режиме 4 – 1,03 К

Диапазон температуры выше 0,75 К вплоть до 4,2 К устройство обеспечивает рефрижератором откачки ^3He или ^4He . В качестве теплообменной среды в камере растворения может быть смесь изотопов гелия любого состава.

С целью изучения подавления теплопритока к камере растворения при наличии жидкого ^4He или ^3He в испарителе, камера растворения была соединена с испарителем, как показано на левой части рисунка 1.9. При таком соединении испаритель становится камерой образца, которая наполняется жидким гелием. В вертикальный канал плотно вводилась полая вакуумированная тонкостенная трубка из нержавеющей стали, оканчивающаяся конусным упором в районе камеры образца, образующий

тепловой ключ, и тянувшаяся до верхнего фланца криостата. Для измерения температуры термометры были расположены в камере, а провода проведены через герметичные токовводы камеры образца, так как провести провода через трубку не представлялось возможным. В результате было получено, что конечная температура рефрижератора при наличии жидкого ^3He в камере образца составила 32 мК, а с жидким ^4He – 38 мК. При пустой камере образца измеренная температура – 30 мК. Таким образом, теплоприток за счет теплопроводности этой трубки и теплопроводности гелия в образовавшемся зазоре можно считать незначительным.

Правая часть рисунка 1.9 иллюстрирует новую камеру образца с держателем, который может быть установлен на трубке, которая вводится в вертикальный канал. Корпус камеры образца может быть изготовлен из алюминиевого сплава или ванадия или TiZr сплава, что позволит использовать рефрижератор на спектрометрах нейтронов. Важной информацией являются размеры вертикального канала. Его внутренний диаметр равен 12,4 мм. Наружный диаметр трубки, вставляемой в канал, равен 12,35 мм.

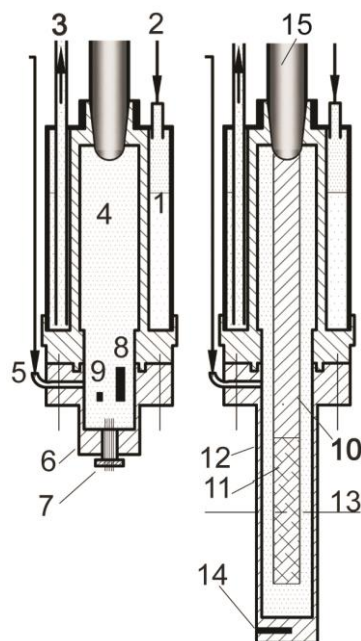


Рисунок 1.9 - 1 - камера растворения; 2- капилляр ввода концентрированной фазы ^3He в камеру растворения; фланец с уплотнением из индия камеры образца; 3 - капилляр вывода разбавленной фазы ^3He из камеры растворения; 4 – камера образца, которая заполняется либо ^4He , либо ^3He ; 5 – капилляр ввода ^4He или ^3He в камеру образца; 6- фланец, 7 – герметичный проход для проводов; 8 – опорный термометр; 9- терморезистор; 10 – держатель; 11 – образец; 12 – испаритель; 13 - горизонтальная ось пучка нейтронов; 14 – термометр; 15 – трубка

1.5 Практическое применение

Практическое применение установка нашла в работе [A2], в которой исследовалось электропроводность антимонида индия, легированного марганцем - $p\text{-InSb}(\text{Mn})$ в зависимости от температуры и величины магнитного поля. Конструкция нашего устройства предполагала использование сверхпроводящего соленоида. Для примера мы приводим несколько таких зависимостей, измеренных нами. В камеру образца

конденсировался ^4He через капилляр дополнительного контура. Если сравнить теплопроводности жидких ^4He [Файрбанк, 32] и ^3He [Абель, 33], а также раствора ^3He в ^4He [Уитли, 34], и учесть, что температура в камере растворения при переходе ^3He через границу расслоения меняется в 2,6 раза [8, стр.44], то становится ясным, что в нашей схеме измерений подучаются условия, близкие к изотермическим. Измерялись электрическое сопротивление образцов с различными концентрациями марганца N_{Mn} в зависимости от температуры. Также при 80 мК измерялось электрическое сопротивление образцов с различными концентрациями N_{Mn} в зависимости от величины магнитного поля. Электрические сопротивления образцов пересчитаны в удельные электрические сопротивления, что отображено на рисунке 1.10 и рисунке 1.11.

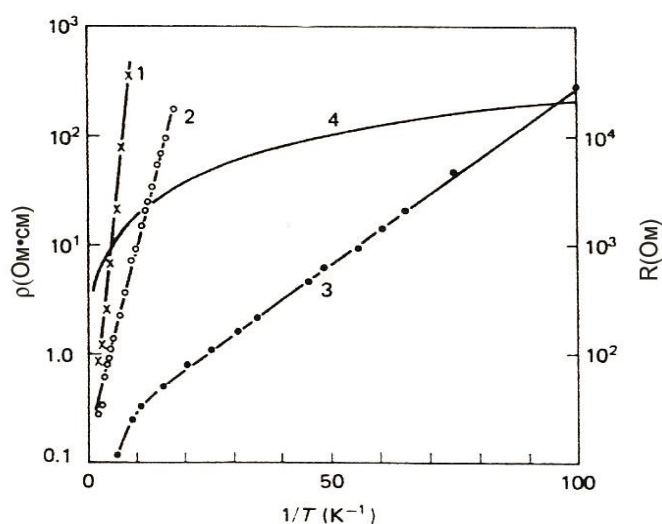


Рисунок 1.10 - Удельное сопротивление ρ (Ом·см) терморезистора из $p\text{-InSb(Mn)[A2]}$. (1-3) и сопротивление R (Ом) угольного терморезистора Speer-Carbon (100Ом, 0,5Вт) (4) как функция температуры. 1- $N_{Mn}=2,03\cdot 10^{17}\text{ см}^{-3}$, 2 – $N_{Mn}=2,1\cdot 10^{17}\text{ см}^{-3}$, 3 – $N_{Mn}=2,143\cdot 10^{17}\text{ см}^{-3}$. Точки при $1/T > 70$ были сняты на установке [Бенда, 35]

Один из образцов $InSb(Mn)$, изученных нами, в дальнейшем был применен в качестве термометрического элемента в тепловом детекторе γ -излучения [Обухов, 36].

Знание теплопритока к камере растворения при открытом канале рефрижератора откачки с гелием-4 позволило создать тонкопленочную полиэтиленовую поляризованную мишень с динамической поляризацией ядер водорода, охлаждаемую сверхтекучей пленкой гелия-4 [Ван Ден Врандт, 37].

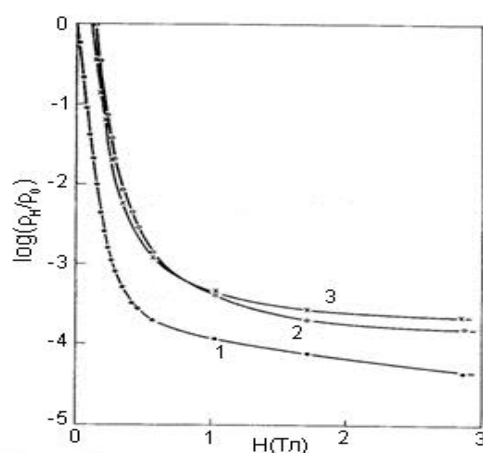


Рисунок 1.11 -Отрицательное магнетосопротивление терморезистора из $p-InSb(Mn)$ [A2]. 1- $N_{Mn}=1,8 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, 2 – $N_{Mn}=1,13 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, 3 – $N_{Mn}=1,6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$

1.6 Резюме

Представлен криостат с двумя рефрижераторами - растворения ^3He в ^4He и испарения ^3He или ^4He , соединенные теплообменником.

Холодопроизводительность устройства складывается из холодопроизводительностей рефрижераторов. Изучены теплопритоки по каналу откачки второго контура к камере растворения.

Трубка откачки рефрижератора откачки может использоваться для ввода образца в холодную зону – камеру образца. Представленный криостат является прототипом криостата для исследований на спектрометрах нейтронов.

ГЛАВА 2. АВТОНОМНЫЕ ДВУХСТУПЕНЧАТЫЕ СОРБЦИОННЫЕ РЕФРИЖЕРАТОРЫ С ОТКАЧКОЙ ^3He и ^4He ДЛЯ РАБОТЫ НА ТЕМПЕРАТУРНОМ УРОВНЕ 0,3 К

2.1 Постановка задачи

В данном разделе представлены двухступенчатые сорбционные рефрижераторы с откачкой ^3He для работы на температурном уровне 0,3К. Целью разработки являлось создание автономной установки сверхнизких температур, т.е. не имеющей привязки к газовым и откачным коммуникациям. Важным требованием являлось создать компактный рефрижератор, в котором ^3He хранится во внутреннем объеме рефрижератора, и исключить внешние газовые коммуникации.

Основной мотивацией для разработки этих рефрижераторов являются работы в области квантовой твердотельной электроники, а именно, охлаждение болометров для диапазона 0,13 – 0,38 ТГц (длины волн $\sim 2,3 - 0,8$ мм), использующих сверхпроводящий переход в тонких пленках титана при температурах близких к 0,35 К. Создаваемый на основе этих

болометров матричный радиометр предполагалось установить в обсерватории. Поскольку работа в обсерватории исключает использование жидких гелия и азота, для охлаждения этого радиометра был разработан рефрижератор с сорбционной откачкой ^3He и с охлаждением криокулером РТ типа.

Свои разработки мы начали с исследования двухступенчатого рефрижератора в виде погружной вставки в гелиевый сосуд дьюара.

Затем мы разработали двухступенчатый рефрижератор, интегрированный в гелиевый оптический криостат.

Дальнейшие наши работы были связаны с разработкой двухступенчатого сорбционного рефрижератора с откачкой ^3He , охлаждаемого криокулером замкнутого цикла.

2.2 Принцип действия двухступенчатого рефрижератора с сорбционной откачкой

На рисунке 2.1 изображена функциональная схема рефрижератора ^3He с сорбционной откачкой. Элементы рефрижератора - сорбционный насос, содержащий активированный уголь, конденсатор и испаритель с ^3He находятся в вакууме, и, следовательно, в тепловом отношении изолированы от основной ванны ^4He в криостате, имеющей базовую температуру 4,2 К. Рабочий цикл начинается с охлаждения до 4,2 К при открытом вентиле. Весь имеющийся в системе ^3He абсорбируется в насосе, затем вентиль закрывается.

Поскольку критическая температура ^3He составляет 3,3 К, то температура 4,2 К слишком высока для того, чтобы обеспечить конденсацию ^3He . Температура конденсатора ниже 3,3 К получается при откачке жидкого ^4He . При использовании сорбционного насоса и емкости

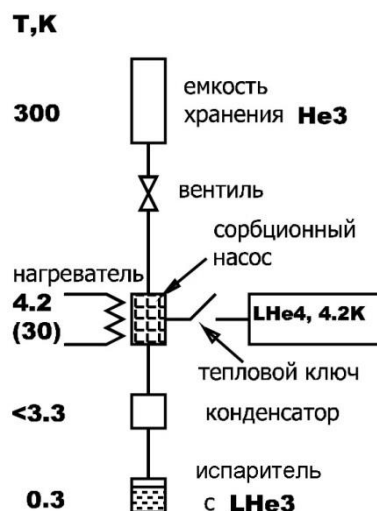


Рисунок 2.1 - Принцип действия рефрижератора [B2]

хранения 4He со своим вентилем получается двухступенчатый сорбционный рефрижератор. Если исключить из конструкции емкости хранения 3He и 4He и вентиля, то гелий-3 и гелий-4 будут храниться в объеме насосов, испарителей и соединительных трубок. В этом случае давление при комнатной температуре может достичь 100 бар. После охлаждения насосов рефрижератора необходимо охладить испарители до гелиевой температуры, так как они имеют слабую тепловую связь с гелиевым баком криостата. Для этого необходимо десорбировать гелий из насосов. При разомкнутых тепловых ключах насосов включаются нагреватели, насос нагревается до температуры 40 K, при которой гелий почти полностью десорбируется. Теплый гелий охлаждается на стенках трубок, которые находятся в жидком гелии, и поступает в испарители. Температура испарителей снижается до 4,2 K. Если давление 4He в насосе будет соответствовать давлению жидкого гелия при 4,2 K или несколько выше, то начинается конденсация 4He , испаритель 4He заполняется жидким гелием. После этого нагреватель насоса 4He выключается. Далее тепловой ключ замыкается, и насос охлаждается, откачивая испаритель с 4He и

понижая температуру связанного с ним тепловым образом конденсатора ^3He до уровня 2 К. Происходит конденсация ^3He , который затем стекает в свой испаритель. Далее замыкается тепловой ключ насоса ^3He . Насос ^3He охлаждается, и производится откачка паров в испарителе ^3He . Температура достигает минимума, и начинается измерительная часть цикла. Температура насоса определяет скорость откачки, и, следовательно, температуру испарителя ^3He . Таким образом, регулировка температуры испарителя осуществляется нагревателем насоса. Также можно использовать PID контроллер нагревателя испарителя ^3He . Следует отметить, что откачка ^4He необходима лишь для конденсации ^3He и в измерительной части цикла испаритель ^4He обычно пустой.

После того как ^3He полностью испарится, проводится переконденсация, и начинается новый цикл получения низкой температуры. Таким образом, рефрижератор с ^3He с сорбционным насосом является циклически работающим устройством.

2.3 Обзор рефрижераторов с ^3He

2.3.1 Первые рефрижераторы с сорбционной откачкой ^3He с внешними газовыми коммуникациями

Принципы конструирования криостатов с откачкой ^3He с использованием внешних насосов и коммуникаций изложены в книге [8, стр.18-28]. Первые криостаты с откачкой ^3He были представлены в 1958-1961 гг. в работах Сиделя [38] и Мартина [39], где откачка ^3He велась диффузионным или механическим насосом, а целью было измерение удельной теплоемкости материалов калориметрическим методом. Развитие рефрижераторов с сорбционной откачкой ^3He произошло позднее выхода

книги Лоунасмаа в связи с возросшим интересом к охлаждению болометров инфракрасного (ИК) диапазона электромагнитного излучения.

На рисунке 2.2 представлены графики холодопроизводительности рефрижератора с применением механического, диффузионного и сорбционного насосов [Есельсон, 40]. Графики иллюстрируют преимущество сорбционной откачки с точки зрения получения низкой температуры и максимальной холодопроизводительности.

Для получения высокой скорости откачки лучше применять криосорбционную откачку, так как сорбционный насос легко установить в непосредственной близости к откачиваемому жидкому гелию, и тем самым исключается необходимость проводки широких линий откачки. Кроме того исключается применение больших механических вакуумных насосов,

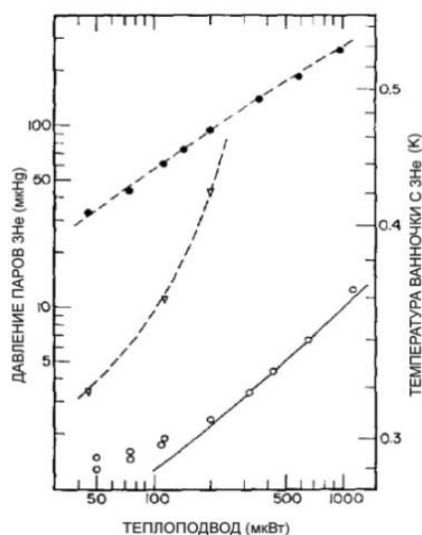


Рисунок 2.2 - Холодопроизводительность с разными насосами [40], ● – откачка роторным насосом, ▼ - откачка диффузионным насосом, ○ – откачка сорбционным насосом
цена которых существенно возрастает с увеличением производительности.

Впервые криостаты с сорбционной откачкой ^3He были разработаны Есельсоном [40] и Мате [41], и имели прикладное применение для измерения теплоемкости материалов [Наото Араи, 42] и для дифракции нейтронов [Кокельман, 43].

В работе [40] был применен механический тепловой ключ, в [41] сверхпроводящий тепловой ключ из свинцовой проволоки. В работе [42] и охлаждение и нагрев насоса производилось при помощи опускания-поднимания (ввода-вывода) самого насоса из холодной (1,5 К) в теплую (40 К) зону гелиевого (^4He) откачного криостата.

В работе [43] сорбционный насос ^3He охлаждался при помощи капиллярного теплового ключа. Насос имел нагреватель. При выключенном нагревателе и откачке насосом ^3He капилляр заполнялся жидким гелием, и осуществлялось охлаждение насоса. При включенном нагревателе жидкий гелий покидал капилляр, насос нагревался до 40К, ^3He десорбировался и конденсировался в холодной части криостата при температуре порядка 1,5К.

Эти установки имели внешние газовые коммуникации для эвакуации ^3He из криостата и закачки его во внешние емкости хранения при давлении меньше 0,1 МПа. Газовые коммуникации имели такую же структуру, которая представлена в ГЛАВЕ 1.

2.3.2 Одноступенчатые рефрижераторы с сорбционной откачкой

В работе [Вальтон, 44] предложен компактный одноступенчатый сорбционный рефрижератор ^3He с использованием активированного угля (рисунок 2.3). Газообразный ^3He поступает через линию L. Перфорированные экраны S удерживают активированный уголь на месте.

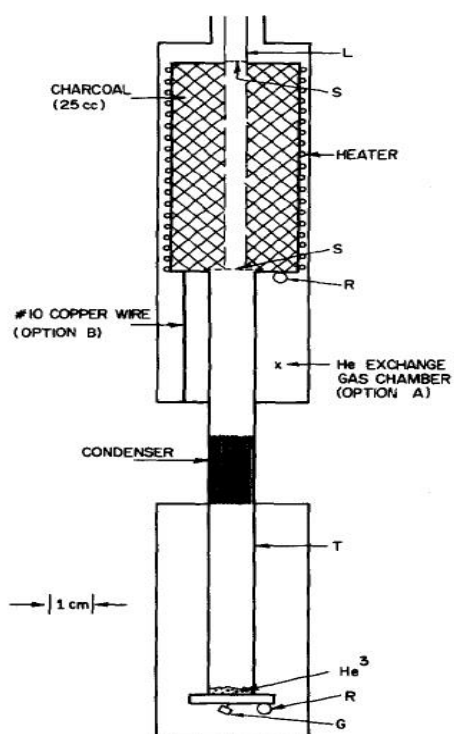


Рисунок 2.3 - Одноступенчатый рефрижератор [44]

Угольные термометры R используются для мониторинга различных частей рефрижератора. Германиевый термометр G используется для измерения конечной температуры ^3He . Тонкостенная трубка T из нержавеющей стали соединяет сорбционный насос с низкотемпературной частью – испарителем ^3He . Медный конденсатор ^3He имеет хорошую тепловую связь с испарителем ^4He , находящимся при 1,2 К. ^3He в этом рефрижераторе хранился вне криостата. Было сделано две опции рефрижератора, A и B. В опции A активированный уголь сорбционного насоса охлаждается при помощи теплообменного газа ^4He , который поступает в объем, в котором находится насос, по трубке, соединенной с внешними газовыми коммуникациями, и после удаляется внешним вакуумным насосом. В опции B тепловая связь осуществляется при помощи медных проволочек - металлического теплового ключа. Работа металлического теплового ключа основывается на изменении

теплопроводности металла в зависимости от температуры. У чистой меди теплопроводность значительно возрастает с понижением температуры от 40 К до гелиевой температуры (это свойство меди мы в дальнейшем использовали при конструировании шахтных криостатов для нейтронных спектрометров). Было установлено, что скорость охлаждения сорбционного насоса с тепловым ключом из медных проволочек существенно меньше (опция *B*), чем в опции *A*, однако конечная температура рефрижератора оказалась одинакова для опций. Кроме того мощность нагрева насоса в опции *B* была 0,8 Вт, а в опции *A* 0,2 Вт. Сам рефрижератор располагался в гелиевом откачном криостате, гелиевая ванна которого находилась под откачкой при температуре 1,2 К в процессе работы рефрижератора. Этот рефрижератор имел внешние коммуникации для хранения ^3He и подачи теплообменного газа ^4He . Поскольку в опции *B* отсутствовали газовые коммуникации для теплового ключа, авторы [44] заметили, что удобно было бы хранить ^3He при комнатной температуре в самом рефрижераторе при высоком давлении и вовсе отказаться от внешних коммуникаций. Далее в работе [Шварц 45] был предложен одноступенчатый сорбционный рефрижератор ^3He , выполненный в виде вставки в транспортный сосуд Дьюара с шириной горловины 2 дюйма (рисунок 2.4). ^3He в количестве 1,1 л хранился при давлении 10 атм. в объеме, присоединенном к вставке снаружи. Рефрижератор содержит один крионасос ^3He , испаритель с ^3He и трубку откачки ^3He внешним насосом, газовый тепловой ключ крионасоса. Трубка откачки ^3He проходит через гелиевую ванну сосуда Дьюара, находящуюся под откачкой при 1,5 К, здесь на стенке трубки откачки происходит конденсация ^3He . Под действием гравитации ^3He стекает вниз в испаритель жидкого ^3He , который в дальнейшем откачивается крионасосом. Рефрижератор достигал температуры 0,301 К, которая поддерживалась в течение 24 часов. Этот рефрижератор использовался для измерений

теплового граничного сопротивления (сопротивления Капицы [8, стр.306]) на границе твердое тело - твердое тело.

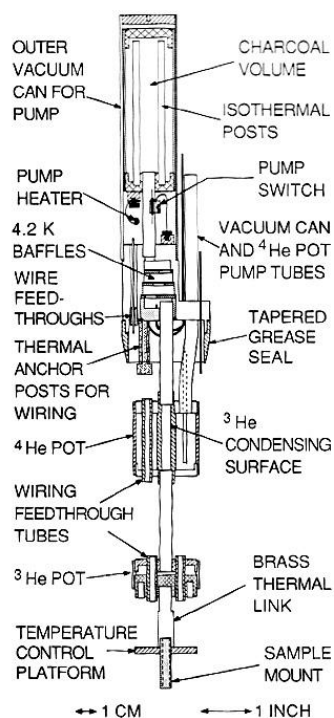


Рисунок 2.4 - Одноступенчатый рефрижератор [45]

Таким образом, во всех этих работах для конденсации ^3He приходилось иметь 1K точку, которая обеспечивалась откачкой паров жидкого ^4He внешним механическим насосом.

В работе [Троицкий, 46] было предложено использовать для конденсации части ^3He эффект охлаждения при изоэнтропическом расширении самого ^3He , которое происходит при откачке (рисунок 2.5). Эта работа является первой работой, в которой полностью отказались от использования откачки ^4He как внешними, так и сорбционными насосами, для конденсации ^3He . Заполнение ^3He производится при первоначальном охлаждении в количестве 6 л, которые при 4,2 K почти полностью

поглощаются сорбционным насосом. Далее запорочный вентиль перекрывается. При отогреве давление в системе может подниматься до 10 МПа. Рефрижератор достигает температуры 0,36 К при теплоподводе 40 мкВт. Охлаждение насоса производилось при помощи теплообменника, который наполнялся жидким ^4He . Время удержания температуры в рефрижераторе составляло примерно 9 часов. Время переконденсации 45 минут.

Рефрижератор [46] смонтирован в оптическом гелиевом криостате и предназначен для охлаждения болометров инфракрасного излучения. Рефрижератор не является автономным прибором, так как управление газовым ключом требовало использования внешнего вакуумного насоса и гелиевых коммуникаций. Также и для хранения ^3He использовалась внешняя газовая система.

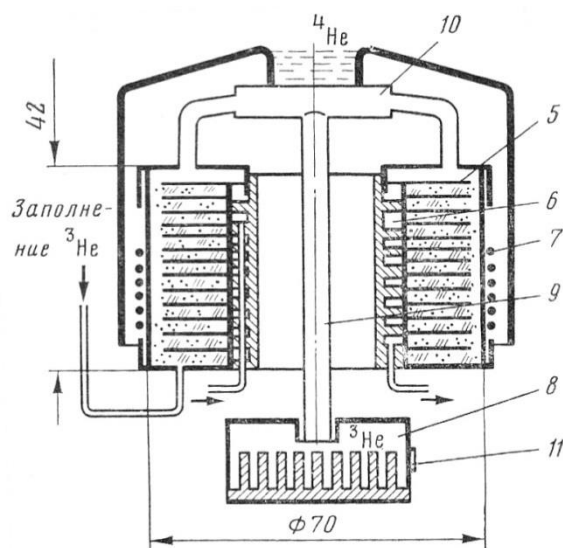


Рисунок 2.5 - Одноступенчатый рефрижератор ^3He [46]. Здесь 5 – крионасос ^3He , 6 - полость для жидкого ^4He , 7 - нагреватель, 8 - камера с ^3He , 9 - патрубок откачки, 10 - теплообменник, 11 - охлаждаемый объект

В работе Эдельмана [47] рефрижератор с сорбционной откачкой гелия-3 использовался для конденсации на внешней стенке сборника этого рефрижератора гелия-3, испаряющегося из ванны испарения рефрижератора растворения ^3He в ^4He .

2.3.3 Рефрижераторы, в которых хранение ^3He и ^4He производится в самом рефрижераторе

В работе [Торре, 48] представлен миниатюрный одноступенчатый рефрижератор ^3He , выполненный в виде блока, который крепится снизу гелиевого бака, находящегося под откачкой при температуре 1,8 К

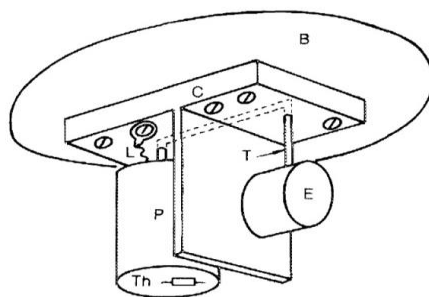


Рисунок 2.6 - Одноступенчатый рефрижератор [48]

(рисунок 2.6). Здесь насос P и испаритель E соединяются трактом откачки, состоящим из трубки T и канала, проходящего внутри платы конденсации ^3He - C, которая механически с хорошим тепловым контактом крепится на дно гелиевого бака B. Крионасос имеет нагреватель, термометр Th и металлический тепловой ключ L, соединенный с платой конденсации.

В этом рефрижераторе впервые реализовано хранение ^3He при комнатной температуре в самом блоке. ^3He в количестве 2 нормальных литров хранился при комнатной температуре при давлении 100 атм. При конденсации ^3He ванна криостата с жидким ^4He откачивалась до температуры 1,8 К, при этом крионасос нагревался до 40К, а ^3He

конденсировался в канале платы конденсации и стекал в испаритель. Затем откачка гелиевой ванны криостата прекращалась, выключался нагреватель насоса, и начиналась откачка ^3He .

Время удержания температуры 0,33 К составило 24 часа при температуре гелиевой ванны 4,2 К. При температуре гелиевой ванны 1,5 К, поддерживаемой при помощи откачки, в камере (Е) достигалась температура 0,294 К. При температуре крионасоса 40 К время конденсации ^3He составляло 10 мин. Низкая температура после выключения нагревателя крионасоса и конденсации достигалась через 30 мин. В качестве теплового ключа здесь использовалась медная проволочка.

В [Даллоглио, 49 и 50], без ссылки на работу [46], предложено рефрижератор без применения откачки ^4He , используя для конденсации ^3He эффект охлаждения при изоэнтропическом расширении (рисунок 2.7). Они также охлаждали свой рефрижератор в гелиевом криостате. Здесь в качестве теплового ключа сорбционного насоса использовалась медная проволока с покрытием серебром. Использовалось 25 л ^3He . Время удержания температуры 310 мК составляло 10 дней, время переконденсации 4 часа. Хранение ^3He здесь осуществлялось также в самом рефрижераторе при давлении 9,5 МПа.

Фактически в работах [46], [49, 50] создан одноступенчатый рефрижератор без 1 К ступени. Однако количество ^3He , необходимое для работы более суток рефрижератора [49], [50], примерно в три раза больше, чем с предварительной ступенью, - 25 л ^3He , при большом времени переконденсации (3 часа). В работе [46] используется 6 л ^3He , но и время удержания конечной температуры - всего 9 часов при конечной температуре 0,36 К.

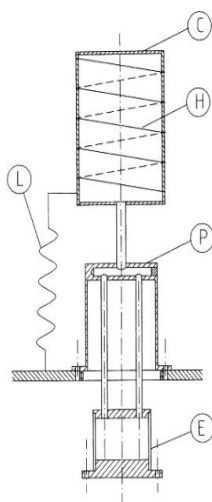


Рисунок 2.7 - Одноступенчатый рефрижератор [49]. Здесь С – крионасос, Н – нагреватель, L – тепловой ключ (медная посеребренная проволока), Р – теплообменник, Е – испаритель с ^3He

Далее Грациани [51] ввел в конструкцию рефрижератора дополнительную ступень с сорбционной откачкой ^4He (рисунок 2.8). Эта ступень позволяла получать температурную точку 2,7 К при наличии тепловой нагрузки, возникающей в процессе конденсации ^3He , и 0,8 К без тепловой нагрузки. Здесь А – плата конденсатора (прикрепляется с хорошим тепловым контактом к дну гелиевого бака криостата и имеет температуру 4,2 К), В и С – крионасосы с испарителями ^4He и ^3He (D и E), L – металлические (медные проволочки) -тепловые ключи между крионасосами и платой конденсатора. Крионасос С содержал 1,5 л ^3He , который имел давление при комнатной температуре 8,1 МПа, крионасос В – 2,5 л ^4He . Время переконденсации составляло 2,5 часа, время удержания температуры 0,33 К при пустом испарителе ^4He - 15 часов.

В [Пизо, 52] изменили конструкцию рефрижератора, представленную на рисунке 2.8, совместив испарители ^4He и ^3He в одном медном корпусе (рисунок 2.9). Две трубки откачки позволили увеличить скорость

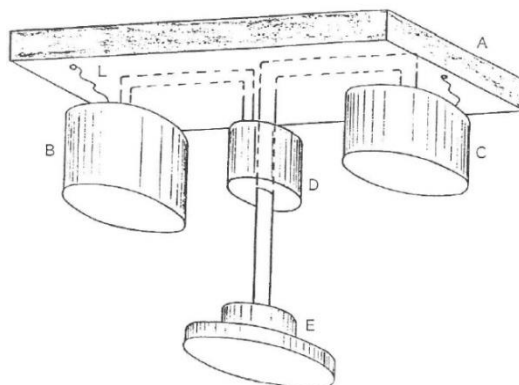


Рисунок 2.8 - Двухступенчатый рефрижератор [51]

охлаждения испарителей в процессе охлаждения от комнатной температуры до 4,2 К. В рефрижераторе использовалось 2,5 л ^4He и 1,5 л ^3He , которые имели давление при комнатной температуре 90 атм. и 81 атм. соответственно. В рефрижераторе достигалась температура 0,35 К.

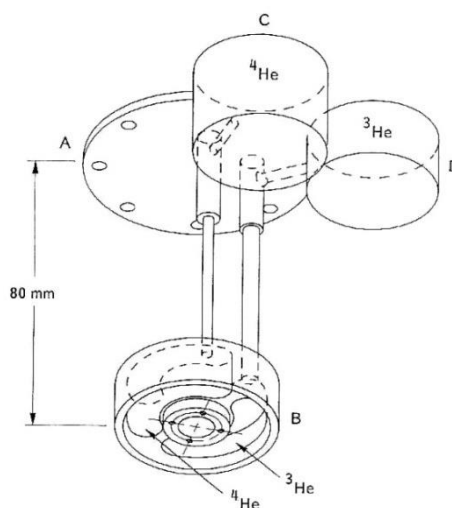


Рисунок 2.9 - Двухступенчатый рефрижератор [52]. Здесь А – теплообменник, который связывает рефрижератор с 4,2 К, В – медный корпус, в котором находятся испарители ^4He и ^3He , испарители соединены с крионасосами С и Д трубками откачки, проходящими через теплообменник А

Тепловая связь крионасосов с гелиевым баком осуществлялась при помощи металлических, медных тепловых ключей.

В 1994 году Степанкиным [53, 54] был предложен двухступенчатый рефрижератор с сорбционной откачкой (рисунок 2.10), прототипом которого служил рефрижератор [45]. Рефрижератор [53, 54] предназначался для работы в гелиевом дьюаре с горловиной диаметром 2 дюйма. Помимо сорбционной ступени с откачкой ^3He в конструкцию была добавлена дополнительная ступень с сорбционной откачкой ^4He . Емкости хранения и насосы разделяются интегрированными во вставку вентилями. Оба изотопа гелия должны храниться при давлении до 4 МПа. При введении вставки в гелиевый дьюар происходит охлаждение, гелий-3 и гелий-4 поглощаются активированным углем насосов, затем вентиля, через которые насосы связаны с емкостями хранения перекрываются. Здесь 1 – испаритель ^4He , 2 – испаритель ^3He , 3 – вакуумный стакан, 4 –

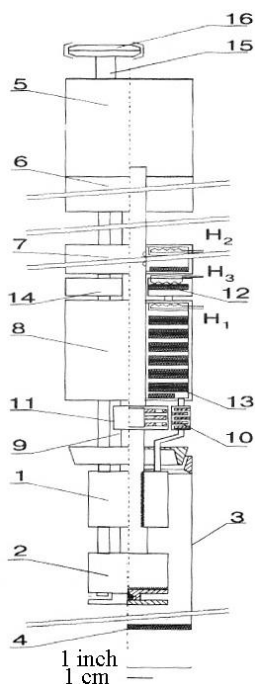


Рисунок 2.10 - Двухступенчатый рефрижератор [53]

активированный уголь (в вакуумном стакане находится небольшое количество ^4He в качестве теплообменного газа, используемого в процессе охлаждения, газ в дальнейшем поглощается этим углем), 5 и 6 – объемы для хранения ^4He и ^3He при давлении 4 МПа, 7 – крионасос ^3He , 8 – крионасос ^4He , 9 – трубка откачки ^3He , 10 – конденсатор ^4He , 11 – предохладитель ^3He , 12 – газовые тепловые ключи, 13 – медные пластины крионасоса, к которому приклеены гранулы активированного угля, 15 и 16 – элементы ввода образца.

2.3.4 Рефрижераторы для наземных обсерваторий

Работы по развитию сорбционных рефрижераторов с откачкой ^3He в ведущих лабораториях мира были обусловлены главным образом потребностью в разработке охладителя болометров - детекторов инфракрасного и субмиллиметрового диапазона электромагнитного излучения, которые располагают на спутниках Земли, на воздушных шарах в стратосфере и в наземных высокогорных обсерваториях.

В работе [16] представлен двухступенчатый $^3\text{He}/^4\text{He}$ рефрижератор для охлаждения широкополосного болометрического фотометра для телескопа в Мито, Италия (рисунок 2.11). Рефрижератор охлаждается в гелиевом криостате при 4,2 К на уровне моря и при 4 К в горных условиях в обсерватории (3480 м над уровнем моря). Рефрижератор имеет две криосорбционные ступени, ^3He и ^4He . В рефрижераторе используется 12 л ^3He и 17 л ^4He , которые хранятся в самом рефрижераторе при 51 бар и 98 бар соответственно при комнатной температуре. При теплопритоке 35 мкВт в условиях гор конечная температура составляет 290 мК и

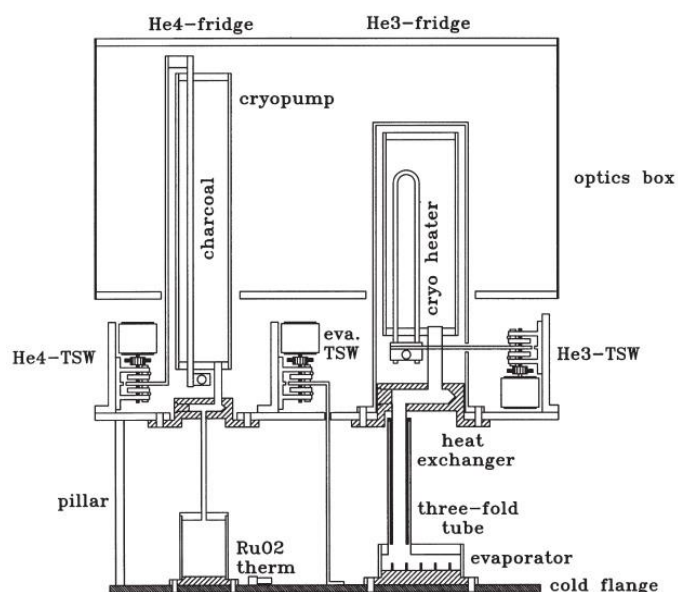


Рисунок 2.11 - Схематический вид двухступенчатого $^3\text{He}/^4\text{He}$ рефрижератора [16]. TSW – тепловые ключи

удерживается в течение 81 часа. Управление рефрижератором осуществляется газовыми щелевыми тепловыми ключами.

В работе [17] представлен трехступенчатый сорбционный рефрижератор. Его схема представлена на рисунке 2.12. Этот рефрижератор содержит две сорбционных ступени с ^3He , первая,

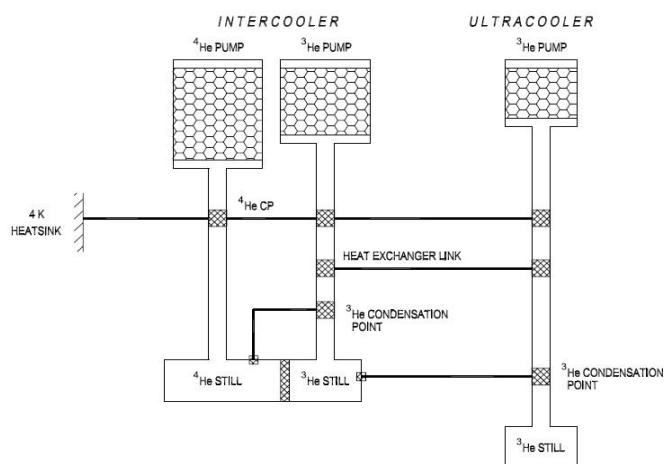


Рисунок 2.12 - Трехступенчатый рефрижератор [17]

промежуточная, из которых является предохлаждающей ступенью, и ее температура поддерживается порядка 0,35 К. Вторая ступень, сверхнизкотемпературная, ее температура достигает 232 мК. Здесь использовались газовые тепловые ключи для ступени ^4He и промежуточной ступени ^3He . Для сверхнизкотемпературной ступени использовался металлический сверхпроводящий тепловой ключ из сверхчистого олова. Рефрижератор содержит 18 л ^4He , 11 л ^3He в промежуточной ступени, 2 л ^3He в сверхнизкотемпературной ступени. Давление газа при комнатной температуре для всех ступеней около 90 бар.

2.3.5 Рефрижераторы для работы в стратосфере

Рефрижератор для работы в стратосфере впервые представлен Палумбо [55]. Этот рефрижератор выполнен по одноступенчатой схеме (рисунок 2.13). Рефрижератор располагался в гелиевом криостате, который имел температуру жидкого гелия, соответствующую давлению в стратосфере, достаточную для конденсации ^3He .

На рисунке 2.13 СР – крионасос. НЕ – теплообменник, где ^3He конденсируется. Е – испаритель ^3He . ВJ – крепление теплообменника к температурной точке 2 К, которая находится в гелиевом криостате, получаемая путем испарения жидкого ^4He в стратосферу. М – трубка откачки ^3He . Внутри крионасоса находится нагреватель и медная трубка, в виде спирали. Трубка заполняется жидким ^4He при выключенном нагревателе. Рефрижератор содержит 60 л ^3He , имеющий давление при комнатной температуре 67 бар.

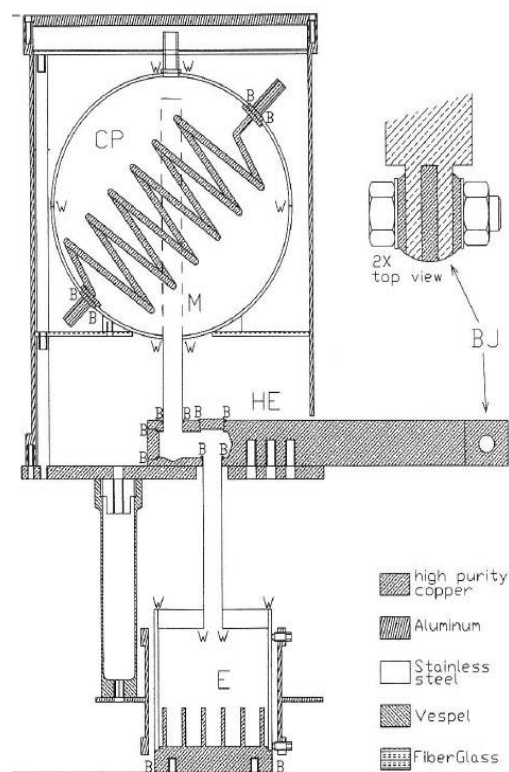


Рисунок 2.13 - Рефрижератор для работы в стратосфере [55]

2.3.6 Рефрижераторы для расположения их на спутниках Земли

Рефрижераторы для работы на спутниках Земли разрабатывались Дюбандом [56 - 60] и Фрэндом [61]. Отличие этих рефрижераторов от предназначенных для работы в наземных или стратосферных условиях заключалось в том, что первые находятся в гравитационном поле, поэтому в процессах охлаждения участвует конвекция, связанная с разной плотностью частиц жидкости и пара. Как гравитация, так и конвекция обуславливают конденсацию ^3He и стекание его в сборник. В условиях невесомости охлаждение частей рефрижератора и конденсацию ^3He

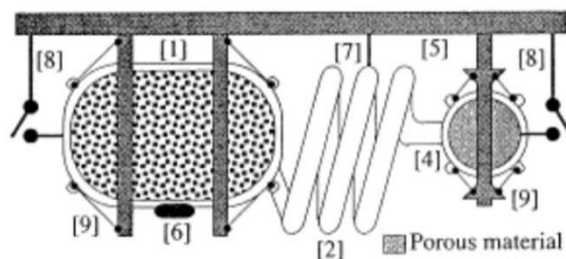


Рисунок 2.14 - Рефрижератор для условий космоса [56].

Здесь 1 – сорбционный насос, 2 – трубка откачки, 4 – испаритель, 5 – охлаждаемая платформа, 6 – нагреватель, 7, 8 – газовые тепловые ключи, 9 – кевларовые растяжки. (Номера 3 нет)

невозможно провести за приемлемое время без использования дополнительного теплового ключа, при помощи которого охлаждается сборник ^3He . Вторым отличием рефрижераторов для работы в космосе является наличие пористой стенки в сборнике, которая разделяет жидкую и газообразную фазу ^3He . Рефрижератор для работы в космосе, также как и для работы в стратосфере, имеет одну ступень – откачки ^3He , так как гелиевый криостат имеет температуру примерно 2К, обусловленную испарением гелия-4 в космическое пространство.

В рефрижераторе использовалось 2 л ^3He , которые при комнатной температуре хранятся в самом рефрижераторе при давлении 6,9 МПа.

2.3.7 Сорбционные рефрижераторы с охлаждением при помощи механических криокулеров

В качестве охладителя рефрижераторов сверхнизких температур, включая рассматриваемые сорбционные рефрижераторы, интересно вместо жидкого гелия использовать криокулеры замкнутого цикла. Последнее десятилетие связано с развитием криокулеров на пульсационных трубках. Эти криокулеры имеют незначительный уровень

шумов и вибраций, что стало привлекательным в использовании их в ряде применений.

Впервые в [61] для охлаждения сорбционного рефрижератора с ^3He использован криокулер с циклом Стирлинга и ступенью Джоуля-Томпсона с конечной температурой 2,5 К при холодопроизводительности 3 мВт. Управление рефрижератором осуществляется при помощи газовых тепловых ключей. В этой работе рефрижератор конструктивно был выполнен для работы в космосе.

В работе [Делвин, 62] предложен двухступенчатый рефрижератор, имеющий сорбционные ступени с откачкой ^4He и ^3He . Охлаждение этого рефрижератора осуществляется коммерческим криокулером на пульсационных трубках РТ405 фирмы Cryomech. Конденсация ^4He происходит при температуре 2,7 К, которая обеспечивается криокулером. Первая ступень дает необходимую температуру и холодопроизводительность для конденсации ^3He . При теплопритоке 15 мкВт рефрижератор достигает 290 мК при времени удержания температуры 72 часа. Рефрижератор содержит 28 л ^4He и 6,15 л ^3He , которые хранятся в самом рефрижераторе при давлении 3,4 мПа (при 300 К). Управление рефрижератором осуществляется при помощи газовых тепловых ключей.

На рисунке 2.15 схематично представлен рефрижератор с криокулером РТ405, первая ступень которого имеет 40 К, вторая ступень охлаждается до 2,7 К. Рефрижератор имеет два сорбционных насоса, ^4He и ^3He , заполненных активированным углем. Насосы соединены с испарителями

^4He и ^3He трубками откачки. От второй ступени идет тепловой мост, который имеет тепловой контакт с трубками откачки ^4He и ^3He , создавая температурные точки 2,7 К. Внизу трубки откачки ^3He находится конденсатор ^3He , к которому от испарителя ^4He протянут тепловой мост, и здесь устанавливается температура до 0,7 К, получаемая при откачке жидкого ^4He сорбционным насосом. Управление сорбционными насосами осуществляется при помощи газовых щелевых тепловых ключей.

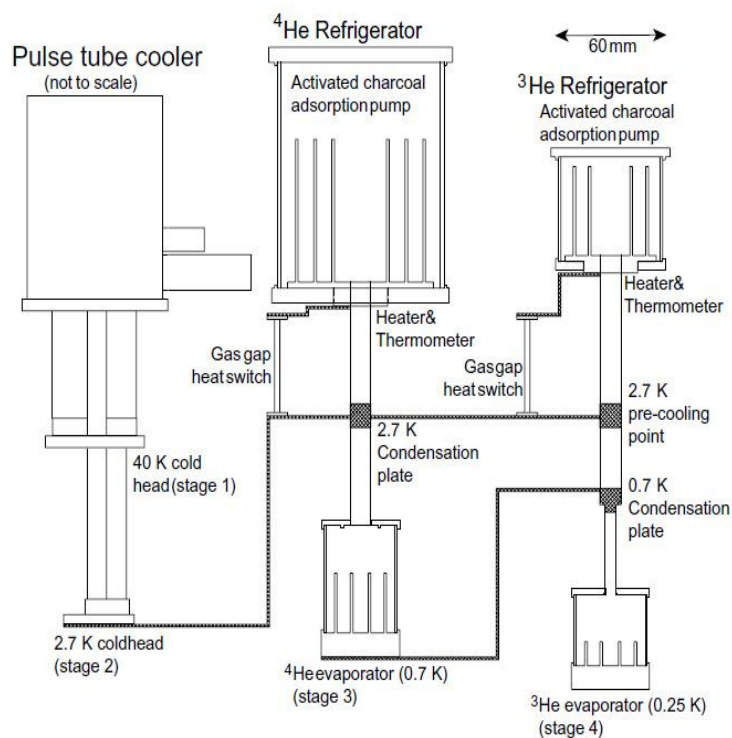


Рисунок 2.15 - Схематическое изображение рефрижератора с криокулером [62]

2.4 Разработка двухступенчатых рефрижераторов, представленных в диссертации

Нами было разработано несколько двухступенчатых сорбционных рефрижераторов.

1. Рефрижератор – вставка в гелиевый криостат, предназначенная для работы со сверхпроводящим магнитом [A3].
2. Рефрижератор, интегрированный в гелиевый криостат [C3], в котором испаритель ^3He находится в общем вакууме криостата.
3. Рефрижераторы, охлаждаемые криокулером замкнутого цикла [A4], [A5].

В конструкциях рефрижераторов мы применили газовый тепловой ключ, использование которого дает минимальное время на переконденсацию гелия.

2.4.1 Двухступенчатый рефрижератор - вставка в гелиевый криостат

На основании работ [53], [54] реализован двухступенчатый рефрижератор [A3], схематический чертеж которого приведен на рисунке 2.16. Рефрижератор сконструирован под имеющийся криостат с горловиной диаметром 81 мм, в котором находился сверхпроводящий магнит. Здесь 1 и 3 интегрированные во вставку бачки объемом 2,5 л и 1,7 л для хранения ^4He и ^3He . 2 и 4 - вентиля, через которые гелий подается после хранения при охлаждении в насосы и рефрижератор. 5 и 7 - сорбционные насосы для ^4He и ^3He . Каждый из этих насосов представляет собой два соосных цилиндра из нержавеющей стали. Внутренние цилиндры заполнены активированным углем. В зазор между цилиндрами вводится трубка из нержавеющей стали 14, соединенная с насосами

ключей 6. По ней из насосов ключей 6 газообразный гелий поступает в образованный зазор между цилиндрами. Трубка 14 имеет диаметр 4 мм, длину 10 мм и толщину стенки 0,5 мм внутри газового теплового ключа 6, что определяет мощность, требующуюся для поддержания насоса ключа при температуре 40 К. Ключ, также как и основной сорбционный насос, состоит из двух соосных цилиндров, внутренний цилиндр наполнен углем. Зазор, образованный корпусом сорбционного насоса 15 и объемом 16, заполненным углем, а также уголь насосов ключей 17 откачивается до глубокого вакуума через патрубок 18, потом заправляются гелием при комнатной температуре до 1 бар. Объем с углем ключа 16 имеет вакуумную изоляцию от гелиевой ванны, которая откачивается через патрубок 19. Патрубки 18 и 19 после вакуумирования и наполнения объемов теплообменным газом пережимаются и запаиваются. Первоначально объемы насосов и бачки откачиваются при комнатной температуре до глубокого вакуума. После охлаждения до гелиевой температуры производится заправка рефрижератора в количестве 13 л ^3He и 16 л ^4He через капилляры (не показаны), которые при последующем отогреве, после извлечения вставки из криостата, пережимаются и запаиваются в непосредственной близости от насосов.

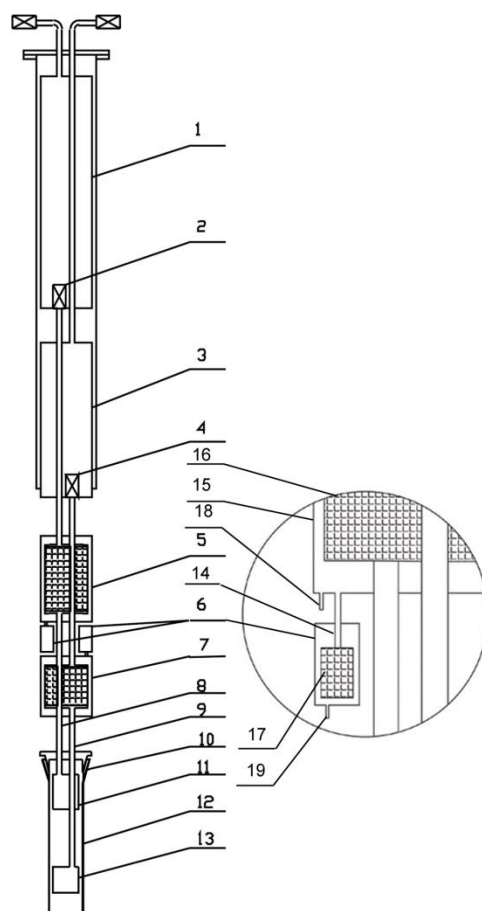


Рисунок 2.16 - Двухступенчатый сорбционный рефрижератор ^3He [А3]

Трубки откачки гелия 8 и 9 проходят через жидкий гелий при 4,2 К. Поэтому конденсация ^4He из насоса 5 происходит на стенках трубки 8, и жидкий ^4He стекает в испаритель 11. Конденсация ^3He происходит на стенках трубки 9 внутри испарителя 11, жидкий ^3He заполняет испаритель 13.

Оба испарителя имеют цилиндрическую форму, и изготовлены из нержавеющей стали. В дно испарителя ^3He впаян серебряным припоем медный держатель для крепления образцов, имеющий хороший, обеспеченный развитой поверхностью, тепловой контакт с жидким ^3He . Температура испарителей измеряется термометрами сопротивления RuO_2 .

Вакуумированная рабочая часть вставки образована стаканом 12 из нержавеющей стали и коническим уплотнением 10. Диаметр и длина вакуумного стакана 12 рефрижератора определялись размерами магнита, и равны 37 и 190 мм соответственно.

Поверх внутренних цилиндров всех насосов, как основных, так и насосов ключей, намотаны электрические нагреватели. Температура измеряется термопарами *Cu:Fe*/хромель относительно наружного корпуса, находящегося в жидком ^4He . Для того, чтобы поддерживать основной насос при температуре 40 К, необходима мощность 50 мВт. Для того чтобы замкнуть ключ, необходима мощность 10 мВт.

Трубки откачки из нержавеющей стали с толщиной стенки 0,5 мм находятся в жидком гелии на длине 60 мм. Это дает хороший тепловой контакт конденсирующегося гелия с гелиевой ванной.

Ввиду того, что вся внешняя стенка основного насоса находится в жидком гелии, при замкнутом ключе получается максимально возможный по величине тепловой контакт основного насоса с гелиевой ванной криостата.

Использование двух ступеней позволяют производить конденсацию ^3He без использования откачки гелиевой ванны криостата.

После конденсации ^3He и начала откачки минимальная температура достигается примерно через 10 минут и поддерживается в течение 24 часов при нулевой тепловой нагрузке. После этого цикл может быть повторен. Время переконденсации составляет не более 1 часа.

2.4.2 Двухступенчатый рефрижератор с расположением образца в общем вакууме гелиевого криостата

В этой работе исключены балластные емкости и вентиля [СЗ]. В данной конструкции ^4He и ^3He хранятся в объеме самих насосов и трубках откачки испарителей при давлении до 100 бар. Рефрижератор был выполнен в виде отдельного от криостата узла, который имеет медный фланец, который устанавливается в гелиевый криостат, и выполняет функцию дна гелиевого криостата, при этом насосы располагаются в жидком гелии, а испарители ^4He и ^3He находятся в вакууме гелиевого криостата. Этот гелиевый криостат предназначен для работы с внешними источниками ИК излучения при комплектации корпуса и экранов с соответствующими окнами прозрачности. При применении алюминиевого сплава для корпуса и экранов криостата возможно использование рефрижератора на спектрометрах нейтронов. На рисунке 2.17 приведена

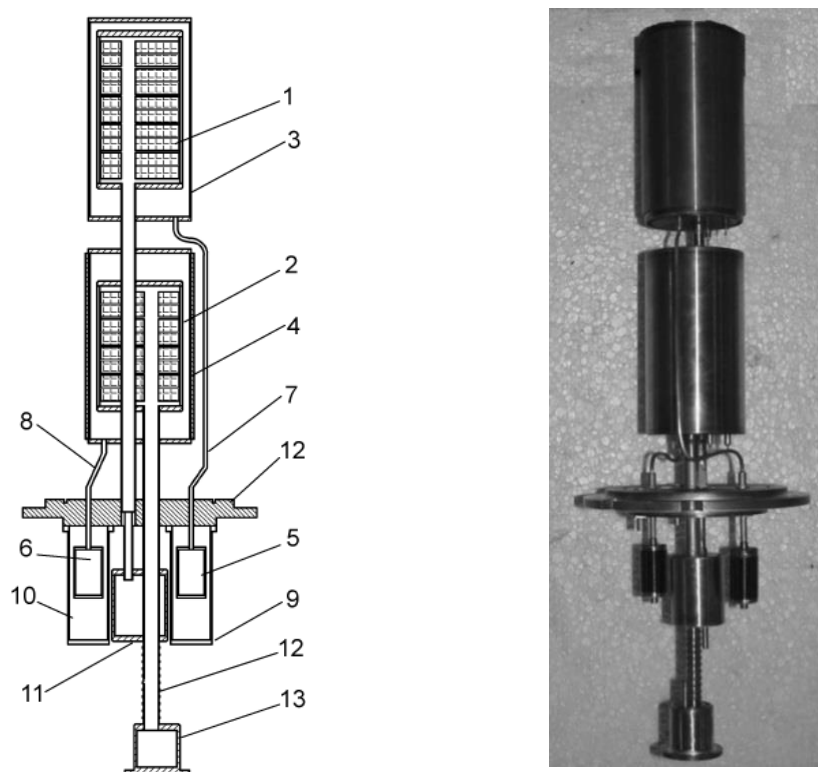


Рисунок 2.17 - Схема рефрижератора и его фотография [СЗ]

схема рефрижератора и его фотография.

Рефрижератор смонтирован на медном фланце 1, состоит из крионасосов 2, 3 с активированным углем, которые находятся в герметичных корпусах 4, 5. Насосы присоединены к трубкам откачки ^4He и ^3He 6, 7 соответственно. В корпуса 4, 5 при их нагреве подается газообразный гелий, который находится в насосах ключей с активированным углем 8, 9. Корпуса 4, 5 вакуумируются при охлаждении насосов ключей. Крионасосы 2, 3 соединены с насосами ключей 8, 9 капиллярами 12, 13 из нержавеющей стали диаметром 4 мм с толщиной стенки 0,3 мм. Тепловая связь насосов ключей 8, 9 с фланцем 1 осуществляется за счет теплопроводности этих капилляров на длине 25 мм. Для подавления теплопритока по излучению насосы 8, 9 закрыты медными экранами 10, 11. Заметим, что в работе [А3] насосы ключей имеют герметичные вакуумные кожухи, так как расположены в жидком гелии. Важную особенность имеет конструкция испарителя с жидким ^4He 14, который откачивается насосом 2. Сквозь него проходит трубка откачки 7 испарителя ^3He 15, образуя поверхность теплообмена, который необходим главным образом при конденсации ^3He . Длина теплообменной части составляет 40 мм, при диаметре 10 мм. Длина трубки между испарителями 11 и 13 составляет 64 мм, при этом суммарная длина тонкостенной части 60 мм (толщина стенки 0,3 мм). Трубка на этом участке имеет ребра жесткости.

Расположение рефрижератора в криостате и фотография криостата показаны на рисунке 2.18. Криостат имеет бак с жидким азотом 1 емкостью 11 л, бак с жидким гелием 2 емкостью 8 л, который наполняется через сифон 3. Криостат имеет корпус 4, радиационные экраны 5, 6,

охлаждаемые жидким азотом и гелием соответственно. Также имеется дополнительный экран 7, имеющий температуру 4,2 К. Медный фланец рефрижератора является не только базой, на которой установлены все его узлы, но также дном гелиевого бака. Этот фланец имеет канавку для вакуумного уплотнения – проволоки из индия 8.

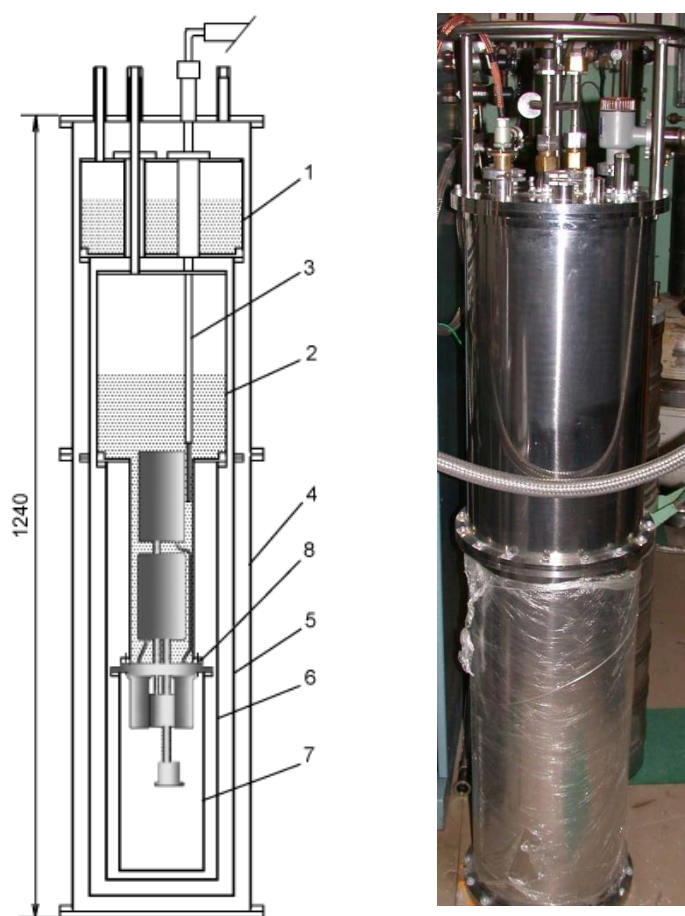


Рисунок 2.18 - Схема рефрижератора [СЗ], криостата и
фотография криостата

При комнатной температуре давление в рефрижераторе составляет 50 бар для ^3He (9л) и 70 бар для ^4He (13л). Время переконденсации составляет не более 1 часа.

2.4.3 Двухступенчатый рефрижератор, охлаждаемый криокулером замкнутого цикла

Использование жидкого гелия во многих лабораториях невозможно или крайне дорого. В связи с этими обстоятельствами мы начали разрабатывать сорбционные рефрижераторы с откачкой ^3He , которые можно охлаждать криокулерами на пульсационных трубах, которые имеют минимальную температуру при нулевой тепловой нагрузке до 2,5 К.

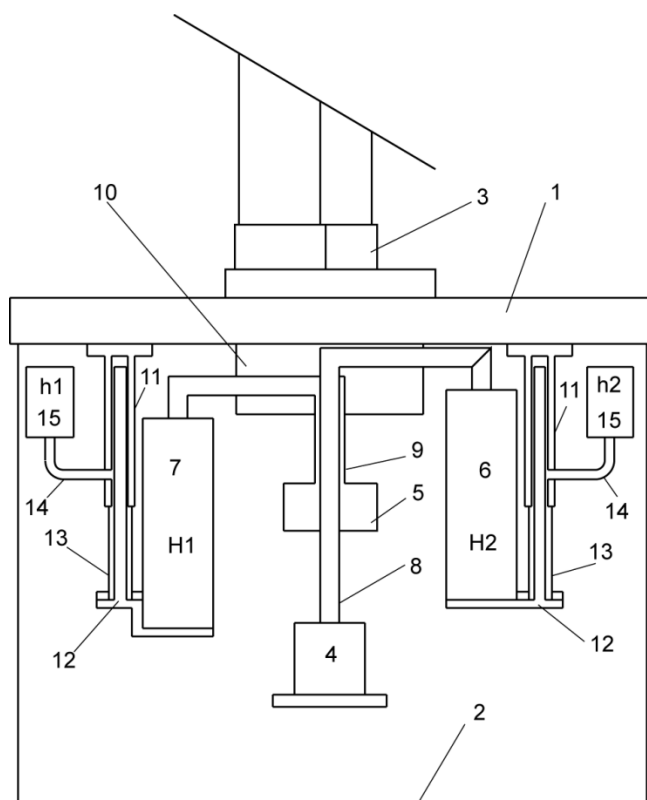


Рисунок 2.19 - Схема рефрижератора [А4]

На рисунке 2.19 представлен рефрижератор [А4]. с откачкой гелия-3, установленный на медной пластине 1, с базовой температурой 4,2 К или ниже, и закрытый экраном 2. Рефрижератор имеет испарители для жидких гелия-3 объемом 20 см³ и гелия-4 20 см³. (4, 5 соответственно), которые откачиваются соответственными сорбционными насосами 6, 7 через трубки откачки. Сорбционные насосы 6, 7 содержат 40 г активированного угля каждый. На корпусах насосов 6,7 снаружи расположены электрические нагреватели, Н2 и Н1. Для выравнивания температуры корпуса насосов зачехлены сплошным медным бандажом. Трубка откачки 8 гелия-3, имеет диаметр 8 мм, толщину стенки 0,2 мм и длину 40 мм до испарителя гелия-4. Размеры этой трубки определяют теплоприток к испарителю гелия-3 и итоговую температуру. Трубка откачки гелия-4, 9, расположенная с предыдущей коаксиально имеет диаметр 12 мм, толщину стенки 0,2 мм и длину 40 мм. Трубки откачки со стороны сорбционных насосов имеют диаметр 10 мм, толщину стенки 0,2 мм и длину 30 мм. Материал трубок откачки - нержавеющей сталь. Важным элементом конструкции рефрижератора является теплообменник 10. В теплообменнике происходит охлаждение теплого гелия-4, покинувшего сорбент насоса, и его конденсация. Также происходит охлаждение гелия-3 до максимально возможной низкой температуры, 4 К и ниже. Сорбционные насосы связаны с медной пластиной посредством газовых тепловых ключей. Газовые ключи имеют следующую конструкцию: Два медных теплопровода 11, 12 расположены коаксиально с зазором 50 мкм. Теплопровод 11 соединен с медной платформой, а другой, 12, – с корпусом сорбционного насоса 6, 7. Теплопроводы соединены нержавеющей трубками 13 так, чтобы пространство между ними стало герметичным. Это пространство заполняется гелием-4 под давлением 5 бар и соединяется

капиллярами из нержавеющей стали 14 с маленькими сорбционными насосами 15 через теплопровод 11. Насосы 15 охлаждаются за счет теплопроводности стенки этого капилляра и нагреваются при помощи электрических нагревателей h1 и h2.

На рисунке 2.20 представлена конструкция теплообменника (10, рисунок 2.19). Теплообменник состоит из трех медных пластин марки М0

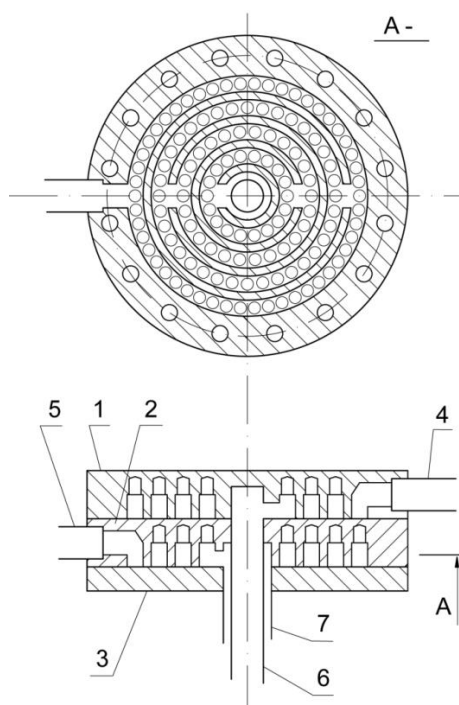


Рисунок 2.20 - Конструкция теплообменника [А4]

(1, 2, 3) диаметром 80 мм. Пластины имеют концентрические кольцевые каналы шириной 8 мм и глубиной 4 мм, которые соединены последовательно наподобие лабиринта. В этих каналах происходит охлаждение гелия-3 и охлаждение и конденсация гелия-4. Для увеличения площади поверхности в каналах имеются отверстия диаметром 3,5 мм и глубиной 6 мм. В итоге площадь теплообмена получилась равной 80 см². К теплообменнику подводятся трубки откачки гелия-3, 6, гелия-4, 7, и

трубки 4, 5, к сорбционным насосам. Материал всех трубок – нержавеющая сталь.

В состав рефрижератора также входят два бачка хранения гелия геометрическим объемом 1 литр каждый, которые находятся при комнатной температуре сверху криостата. Количество газов в рефрижераторе составляет 6 л гелия-3 и 12 л гелия-4, что соответствует давлению при комнатной температуре 5 и 11 атм., соответственно. Бачки хранения отделены от рефрижератора вентилями, и соединяются с ним трубками из нержавеющей стали диаметром 3 мм с толщиной стенки 0,5 мм. Перед охлаждением вентили открыты. После того как рефрижератор охлажден, вентили закрываются. По окончании работы перед размораживанием вентили необходимо открыть во избежание получения высокого давления в рефрижераторе.

Тепловое граничное сопротивление между теплообменником и медной пластиной оказалось таким, что для работы этого рефрижератора требовалось понизить температуру жидкого гелия путем откачки до 3, 5 К. В этой конструкции вместо жидкого гелия под откачкой в качестве охладителя логично использовать криокулер на пульсационных трубах (3, рисунок 2.19).

На рисунке 2.21 представлена фотография низкотемпературной части рефрижератора. Время переконденсации составляет не более 1,5 часов.

Следующий рефрижератор [A5], представленный на рисунке 2.22, предназначался для охлаждения радиометра на основе болометров, работающих на сверхпроводящем переходе T_i пленок. Рефрижератор выполнен в виде единого блока, установлен на медной пластине, охлаждаемой криокулером замкнутого цикла на пульсационных трубах холодопроизводительностью 0,5 Вт при 4,2 К с конечной достижимой температурой 2,5

К. Также на этой пластине устанавливается экран из меди или алюминия, который защищает рефрижератор от теплового излучения.

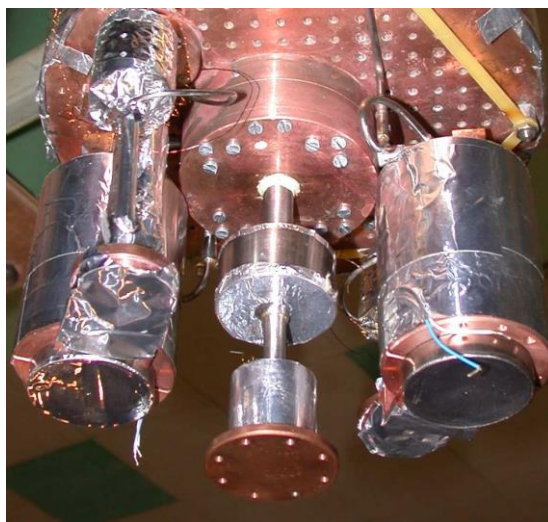


Рисунок 2.21 – Фотография низкотемпературной части рефрижератора [А4]

Рефрижератор имеет двухступенчатую схему охлаждения. В верхней ступени находится ^4He , который конденсируется при температуре ниже 4,2 К и затем охлаждается откачкой до температур 1,5 – 2,5 К. Этих температур достаточно для конденсации ^3He , и при его откачке во второй ступени достигаются температуры на уровне 0,3 К. Время переконденсации составляет не более 1,5 часов.

Важным отличием рефрижератора с охлаждением криокулером от рефрижератора с охлаждением в гелиевом криостате является наличие теплообменника (смотри 10, рисунок 2.19 и рисунок 2.20 , 7 рисунок 2.22).

Сейчас этот рефрижератор находится в эксплуатации ИРЭ РАН (г. Москва).

2.4.4 Экспериментальные результаты

Последовательность работы узлов рефрижератора следующая. График, иллюстрирующий работу рефрижератора с криокулером, представлен на рисунке 2.23.

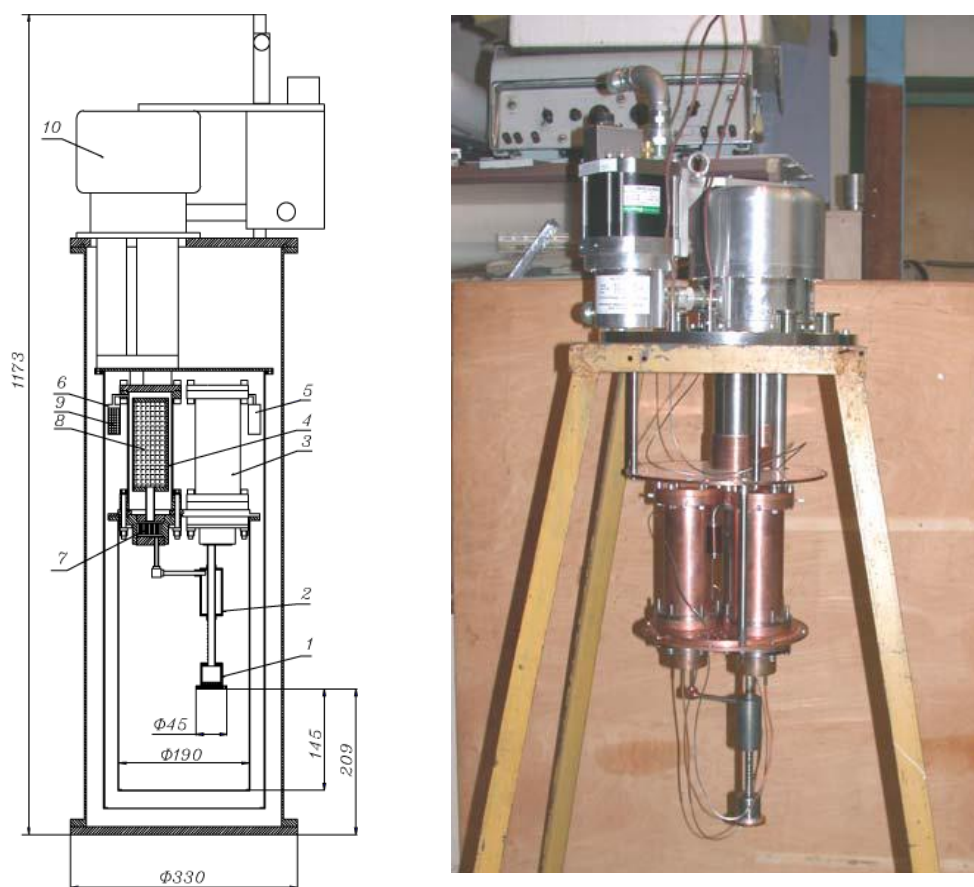


Рисунок 2.22 - Схематический чертеж рефрижератора и его фотография на монтажно-наладочном стенде [A5]. 1 – испаритель ^3He , температура 0,3 К. 2 - испаритель ^4He , температура (0,8 – 2,1) К, 3 - насос откачки паров ^3He , 4 - насос откачки паров ^4He , 5 - тепловой ключ насоса ^3He , 6 - тепловой ключ насоса ^4He , 7– теплообменник, 8 - и 9 - активированный уголь, 10 - криокулер на пульсационных трубах

I. Охлаждение медной пластины, теплообменника и насосов до температуры 3,2 К. В процессе охлаждения насосы поглощают весь гелий. Нагреватели h1, h2 включены, нагреватели Н1, Н2 выключены. На это уходит 12 часов работы криорефрижератора.

II. Конденсация ^4He . Нагреватель Н1 - насоса ^4He – включается, а нагреватель ключа h1 выключается. ^4He покидает уголь, конденсируется в теплообменнике и стекает в испаритель ^4He . При этом температура теплообменника не должна превышать 4 К. В противном случае конденсация ^4He проходит не эффективно. Температура медной пластины не повышается выше 3,5 К, что достигается регулировкой мощности нагревателя насоса. Также на этом этапе необходимо охлаждать и ^3He , находящийся в угле насоса. Для этого нагреватель ключа h2 выключается, а нагреватель насоса Н2 включается, ^3He покидает насос, и охлаждается в теплообменнике.

III. Откачка паров ^4He , получение температуры 1,5 К и конденсация гелия-3. Нагреватель сорбционного насоса ^4He Н1 выключается. Для охлаждения насоса включается нагреватель теплового ключа h1. При этом теплообменный газ – ^4He высвобождается из насоса ключа, и заполняет тонкий зазор между медными теплопроводами ключа, один из которых соединен с насосом, а другой с пластиной, на которой закреплен весь блок рефрижератора. Насос начинает охлаждаться, и откачивать пары ^4He над испарителем ^4He . Температура ванночки снижается до 1,5 К. Во время охлаждения насоса медная пластина, на которой установлен рефрижератор, нагревается до 8 К и за тем охлаждается до 3,2 К, насос - до 3,3 К. Нагреватель Н2 остается включенным, а нагреватель h2 выключенным. Температуры испарителя ^4He достаточно для конденсации ^3He , который конденсируясь на стенке трубки откачки, проходящей через испаритель с ^4He , стекает в испаритель ^3He . Конец процесса конденсации

легко угадывается по понижению температуры испарителя гелия-4 от 2 К до 1,5 К.

Получение низкой температуры. Для этого выключается нагреватель насоса ^3He Н2, и включается нагреватель насоса теплового ключа Н2 насоса ^3He . Температура насоса понижается от 15К, которая является стартовой, и начинается откачка паров ^3He . Также как в этапе 3 медная платформа нагревается до 8 К и за тем охлаждается до 3,2 К. Низкая температура достигается через 15 минут. Конечная температура без

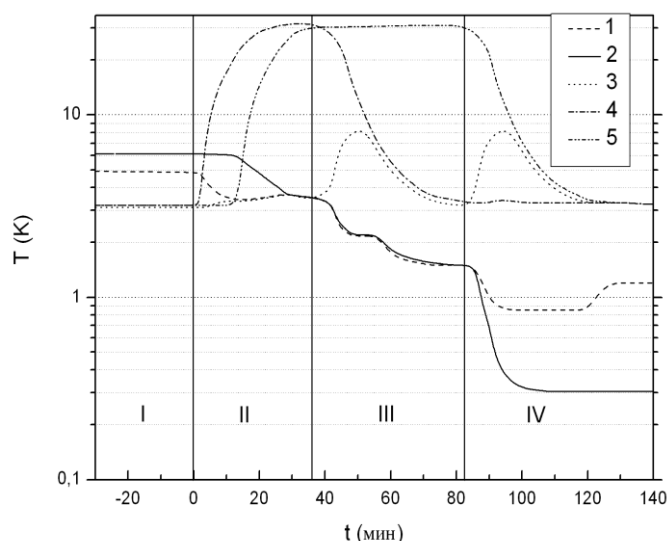


Рисунок 2.23 - Температура узлов рефрижератора в зависимости от времени [A4]. 1 - температура испарителя с ^4He , 2 - температура испарителя с ^3He , 3 - температура медной пластины, 4 - температура сорбционного насоса ^4He , 5 - температура сорбционного насоса

^3He нагрузки получена 0,33 К и удерживается не менее 24 часов. При этом остаются включенными нагреватели

IV. маленьких сорбционных насосов, суммарная мощность нагрева которых 20 мВт. При откачке испарителя ^3He наблюдается понижение температуры ванночки гелия-4 до 0,9 К за счет охлаждения ее холодными

парами ^3He . Затем происходит нагрев испарителя с ^4He после того как в ней кончится жидкий ^4He .

Важной является мощность нагревателей насосов. Так как часть холодопроизводительности криокулера 0,5 Вт при 4,2 К, часть которой тратится на преодоление конструктивных теплопритоков, то суммарную мощность нагрева следует лимитировать 120 мВт.

Температура испарителя ^3He зависит также от скорости откачки сорбционного насоса. Скорость откачки сорбционного насоса зависит от его температуры. При помощи нагрева сорбционного насоса можно регулировать температуру образца без дополнительного теплопритока к испарителю ^3He .

Чтобы избежать влияния теплового излучения горячих сорбционных насосов на конечную температуру, насосы и подводящие к ним провода необходимо было вынести за пределы радиационного экрана, охлаждаемого второй ступенью криокулера.

Так как криокулеры на пульсационных трубках дают температуры ниже 3 К, то сорбционные рефрижераторы с откачкой ^3He можно сконструировать по одноступенчатой схеме без сорбционной ступени с ^4He . Однако при этом температура, при которой будет производиться конденсация ^3He , имеет уровень 3 К. В этом случае для работы рефрижератора с равноценным временем удержания низкой температуры потребуется большее количество ^3He по причине меньшего соотношения жидкой и газообразной фазы.

На рисунке 2.24 показана зависимость холодопроизводительности рефрижератора от температуры. Мощность к испарителю подавалась

электрическим нагревателем. При этом температура 0,33 К, достигаемая без нагревания, удерживалась в течение 30 часов.

Время, необходимое на переконденсацию, в варианте рефрижератора с исполнением в гелиевом дьюаре составляет 1 час, а в исполнении с

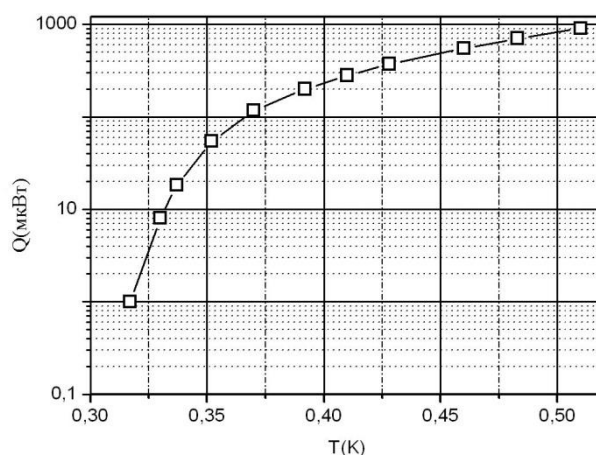


Рисунок 2.24 - Холодопроизводительности рефрижератора в зависимости от температуры [A5]

охлаждением криокулером составляет примерно 1,5 часа. Заметим, что все представленные рефрижераторы имеют одинаковые размеры откачных труб, конструкцию и размеры сорбционных насосов, размеры насосов газовых ключей с подводщими трубками к основному насосу.

Заметим, что время удержания температуры 30 часов сохраняется для любой температуры в диапазоне, указанном на этом рисунке, если регулировка температуры ванночки с ^3He производится регулировкой температуры насоса, а не нагревом испарителя.

В качестве испытаний возможностей нашего рефрижератора было проведено измерение электрического сопротивления сверхпроводящего перехода тонких пленок из титана на кремниевой подложке со

сверхпроводящими контактами из ниобия и подводящими электрическими контактами из палладия. Результаты приведены на рисунке 2.25.

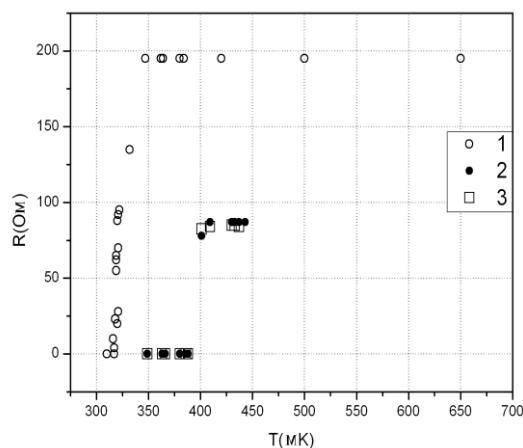


Рисунок 2.25 - Зависимости сопротивления от температуры пленок Ti на кремниевой подложке со сверхпроводящими контактами из Nb [A4]. Точность измерения укладывается в размеры обозначений. 1 – толщина пленки 20 nm; 2, 3 – толщина пленки 40 nm. Измерительный ток 0,2 мкА

2.5 Резюме

1. Разработаны двухступенчатые рефрижераторы с откачкой гелия-3 для работы в гелиевом криостате.
2. Рефрижераторы имеют высокие показатели по скорости перезапуска. Основным отличием от аналогов является конструкция интегрированного теплового газового ключа.
3. Разработан двухступенчатый рефрижератор с откачкой гелия-3 с охлаждением криокулером замкнутого цикла.
4. Все рефрижераторы являются автономными приборами, не имеющими каких-либо газовых коммуникаций.

5. Хранение ^3He и ^4He производится в узлах самого рефрижератора.

В России также разработкой рефрижераторов с сорбционной откачкой гелия-3 занимается Эдельман В.С. [Герман, 63; 64] в Институте физических проблем РАН (Москва). Им представлены компактные рефрижераторы с предохлаждением криокулером замкнутого цикла, предназначенные для охлаждения элементов детекторов электромагнитного излучения – болометров. Основным отличием наших разработок является отсутствие задачи уменьшения размера рефрижератора, так как в наших разработках свободное пространство ниже холодной части рефрижератора и большой размер обечаек криостата являются необходимым условием использования на каналах нейтронов или электромагнитного излучения. Если использовать рефрижератор с откачкой гелия-3 для охлаждения сканера СТМ, то также необходимо свободное пространство непосредственно под сборником гелия - 3 или камерой растворения ^3He в ^4He .

ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА БЕЗАЗОТНОГО ГЕЛИЕВОГО КРИОСТАТА С МАЛЫМИ ТЕПЛОВЫМИ ПОТЕРЯМИ ДЛЯ ОХЛАЖДЕНИЯ ТУННЕЛЬНОГО СКАНИРУЮЩЕГО МИКРОСКОПА (СТМ)

3.1 Постановка задачи

Исследования внутренней структуры вещества при помощи тепловых нейтронов могут быть дополнены исследованиями поверхностей с использованием сканирующего туннельного микроскопа (СТМ).

Для получения представления о поверхности на атомарном уровне, сканер СТМ необходимо держать на температурном уровне, который дает жидкий гелий-4. Для накопления электронных спектров высокого

разрешения методом электронного туннелирования необходимо время работы сканера не менее 24 часов при соблюдении условий минимизации вибраций, шумов и минимального дрейфа гелиевой температуры. Вибрации и шумы создаются не только внешними источниками, от которых можно защититься, используя специальные платформы, но и сам криостат с жидким гелием. Кипение жидких азота и гелия приводит к шумам, которые могут блокировать работу сканера, поэтому необходимо добиться максимального уровня тепловой изоляции жидких криоагентов. Конструкция должна иметь минимальные акустические и вибрационные шумы, также должна быть жесткой, что необходимо для получения высокой частоты сканирования. Для получения вакуума уровня 10^{-10} мбар, криостат должен быть системой, прогреваемой перед охлаждением до температуры 200 °С, что исключает использование многослойной суперизоляции.

В диссертации представлен гелиевый криостат, отвечающий указанным требованиям. В криостате не используется жидкий азот. В криостате достигнут рекордно низкий теплоприток к жидкому гелию.

Рассмотрим существующие конструкции систем охлаждения сканера сверхвысоковакуумного туннельного микроскопа. Конструкции делятся на четыре основные группы:

1) системы, использующие прокачные криостаты, описанные Каржавиным [65], Бехлером [66] и Стайпом [67]. Основным недостатком прокачных систем является весьма большой расход криогенной жидкости, например, жидкого гелия — 1 л/час; также высокий температурный дрейф и нестабильность, что некритично при получении топографических снимков, но недопустимо при накоплении спектров.

2) системы охлаждения на рефрижераторах замкнутого цикла, описанные Капарелли [68]. Недостатком таких систем является значительный уровень вибраций, создаваемых компрессором и самой системой охлаждения, что может недопустимо сказаться на работе сканера.

3) системы, использующие заливные гелиевые криостаты с азотной рубашкой, описанные Тесмером [69] и Смитом [70]. Недостатком таких систем является как раз наличие азотной рубашки, т.к. кипящий азот создает вибрацию, также недопустимую при измерениях в области субнанометрового диапазона;

4) системы, использующие заливные гелиевые безазотные криостаты, в которых отсутствует проблема вибрации, создаваемая кипящим жидким азотом.

Наиболее близким аналогом криостата, представленным в диссертации, является система охлаждения сканирующего сверхвысоковакуумного туннельного микроскопа [19] с компактным безазотным гелиевым криостатом с объемом гелиевого бачка 2,9 литра и ресурсом непрерывной работы 48 часов (рисунок 3.1). Здесь гелий выпаривается по центральному каналу, изготовленному из гофрированной трубки, проходит через два теплообменника, которые охлаждают два алюминиевых радиационных экрана. Жесткость конструкции придают специальные стержни из углепластика, на которых монтируются гелиевый бак и теплообменники. Теплообменники представляют собой трубчатые каналы.

На рисунке 3.2 представлены температуры экранов и гелиевого бачка криостата в зависимости от времени.

В данной главе диссертации описывается альтернативная конструкция компактного безазотного сверхвысоковакуумного криостата с объемом

гелиевого бака 2,7 литра и ресурсом непрерывной работы превышающим 65 часов.

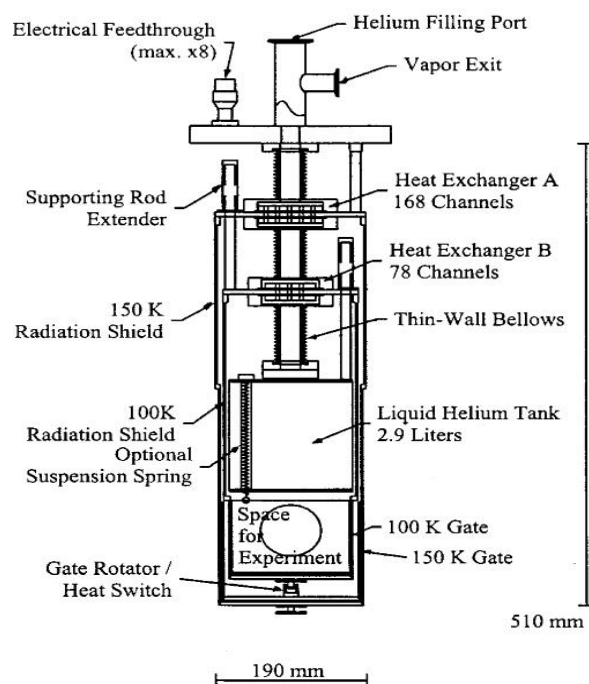


Рисунок 3.1 - Безазотный криостат с двумя радиационными экранами, охлаждаемыми испаряющимся гелием [19]

3.2 Описание конструкции

Принципиальным отличием представленной конструкции [A6] является использование трубок, по которым отводится испаряющийся газообразный гелий из гелиевого бака, в качестве жесткого подвеса температурных ступеней криостата.

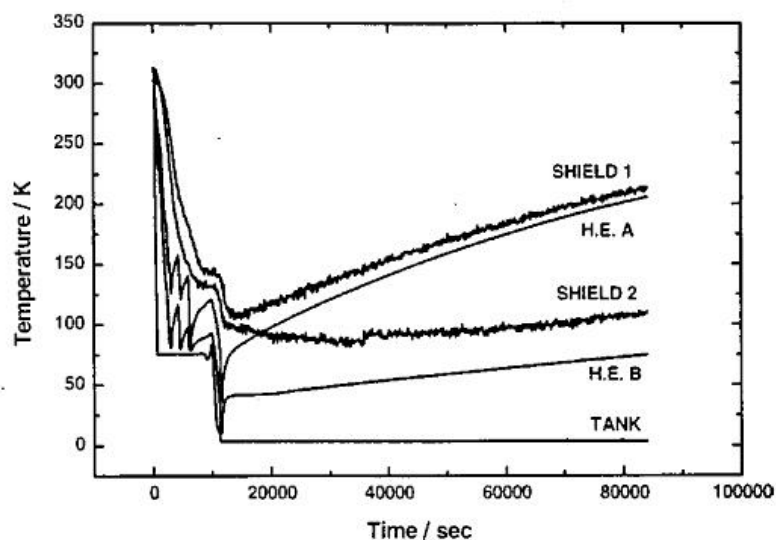


Рисунок 3.2 - Зависимости температуры от времени криостата [19]

Схематический чертеж разработанного нами криостата представлен на рисунке 3.3. В качестве материалов использовались только нержавеющие стали 12X18H10T и 304L и медь марки М0, что необходимо для сверхвысоковакуумного исполнения. Соединения отдельных частей выполнялись аргонно-дуговой сваркой, пайкой припоями ПСр72В в вакууме и ПСр62 в атмосфере. Выбор припоя также следует из требований сверхвысокого вакуума. Криостат смонтирован на стандартном сверхвысоковакуумном фланце DN200CF, 1. Конструктивно криостат состоит из системы заливки и сбора гелия 2, двух теплообменников 3, 4,

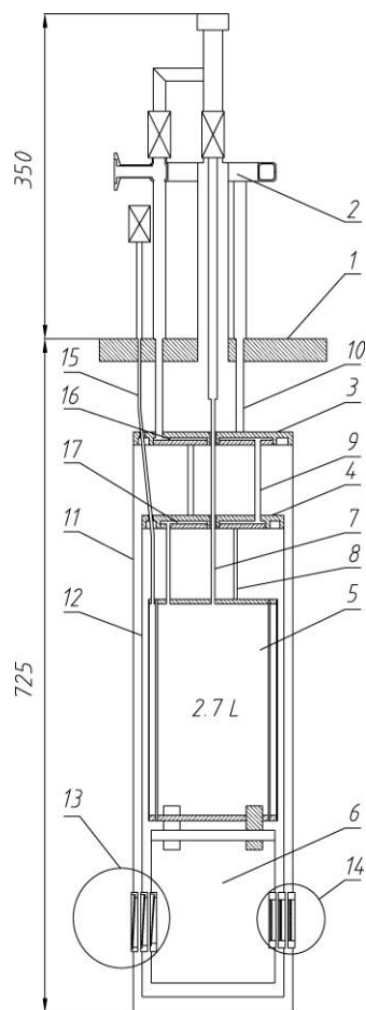


Рисунок 3.3 - Схема криостата и его фотография

гелиевого бачка 5 и камеры СТМ 6. Заливка гелия в бачок проводится по центральной трубке 7, которая свободно проходит через отверстия в теплообменниках 3 и 4. После заливки эта трубка затыкается пробкой для

подавления возбуждения термоакустических колебаний. Между собой гелиевый бачок, теплообменники и верхний фланец соединяются тремя трубками из нержавеющей стали (8, 9, 10) с последовательно возрастающими диаметрами 4, 6 и 8 мм и толщиной стенки 0,5 мм, которые также используются и для выпуска испаряющегося гелия. Пары гелия проходят через теплообменники, охлаждая их. К теплообменникам винтами прикручены медные экраны 11 и 12, в нижней части которых расположены заслонки, которые могут открываться и закрываться сверхвысоковакуумными манипуляторами, а также кварцевые окна.

Особенностью описываемой конструкции гелиевого бачка является наличие двойной боковой стенки, причем зазор между стенками вакуумируется откачкой через трубку 15, выведенную наружу. Таким образом, ограничивается скорость испарения жидкого гелия в случае нарушения вакуума в сверхвысоковакуумной камере. Такое решение позволяет отказаться от трубки аварийного сброса гелия, предусмотренной в [19], и тем самым уменьшить теплоприток к бачку с жидким гелием за счет теплопроводности по этой трубке. Теплопроводность по трубке откачки получится существенно меньше, как за счет диаметра (2 мм против 6,3 мм в [19]), так и толщины стенки (0,2 мм против 0,4 мм в [19]). При аварийной ситуации, в случае нарушения вакуума, время, за которое гелий выкипает из бачка полностью, составляет 4 минуты. При этом давление в бачке поднимется на уровень не более 10 бар, что много меньше предела прочности бачка.

В конструкции теплообменника имеется щелевидный канал 16 и 17 между двумя торцевыми поверхностями частей теплообменника размером 0,5 мм. Кроме того, эффективность теплообмена газа со стенками

теплообменника увеличена за счет того, что газ входит в теплообменник снизу в трех точках, расположенных на окружности через 120 градусов, а выходит также в трех точках сверху, сдвинутых по азимуту на 60 градусов относительно нижних. Кроме того одна из сторон теплообменника имеет радиальные канавки. Для придания большей продольной жесткости, верхняя и нижняя части теплообменников соединяются не только по периметру, но и в центральной части.

Общим требованием к криостату является большая механическая жесткость конструкции. Это дополняется противоречивым требованием малой продольной теплопроводности элементов соединения и вывода паров гелия. В криостате, описанном в работе [19] функции соединения элементов криостата, определяющие жесткость конструкции и обеспечивающие вывод паров гелия, разделены между разными элементами: соединение гелиевого бачка, теплообменников и верхнего фланца осуществляется посредством трех трубок-стоек между каждым двумя узлами вблизи их внешнего периметра, а гелий выходит через осевой канал, образованный сильфоном. Этот же канал используется для заливки гелия. В разработанной нами конструкции эти функции объединены в одном элементе: три трубки, соединяющие узлы, одновременно являются каналами для выхода гелия. Поскольку поток гелия снимает часть тепла со стенок этих трубок, то можно уменьшить длину этих соединительных элементов и их диаметр при сохранении продольной теплопроводности по сравнению с прототипом и одновременно иметь достаточную жесткость всего криостата. Для заливки используется осевой канал. Поскольку он не несет силовой нагрузки, то может быть сделан из тонкостенной трубки небольшого диаметра (3-4 мм).

Таким образом, предложенные нами конструкции теплообменников и криостата являются более простыми по сравнению с конструкцией теплообменников и криостата [19].

Камера СТМ крепится к четырем медным цилиндрическим холодопроводам, впаянным в дно гелиевого бака и осуществляющим тепловой контакт с жидким гелием.

3.3 Экспериментальные результаты

Испытания криостата были проведены в несколько этапов. Во всех случаях кварцевые окна 13, 14 (рисунок 3.3) были заменены на медные заглушки. На первом этапе мы установили термометры сопротивления на теплообменники и на дно экранов. Экраны не подвергались специальной очистке, а испытания проводились в камере, которая предварительно откачивалась диффузионным насосом. Во время гелиевых испытаний внешний насос отключался. Поток гелия после заливки измерялся электронным расходомером HONEYWELLAWM43600V (во время охлаждения и при заливке гелия расходомер отключался). Поток газа пересчитывался в расход жидкого гелия F , исходя из того, что емкость гелиевого бачка составляет 2,7 литра. Для измерения температуры использовались термопары $FeCu/Cu$, размещенные на обоих теплообменниках, а также на дне гелиевого бачка. Сбор данных проводился в автоматическом режиме на протяжении всего периода испытаний. Графики температур $T(K)$ и расхода гелия $F(см^3/час)$ от времени на этом этапе испытаний приведены на рисунок 3.4. При этом вакуум в криостате был во время испытаний $\sim 5 \times 10^{-8}$ мм рт. ст. Время хранения гелия составило 20 часов.

После этого была проведена подготовка поверхностей к

сверхвысокому вакууму (отмывка в ацетоне, механическая зачистка сварных и паяных соединений, химическая обработка экранов) и проведены испытания криостата на герметичность в сверхвысоковакуумной камере с масс-спектрометром. Для получения сверхвысокого вакуума камера откачивалась турбомолекулярным насосом при температуре 220°C в течение 4-х суток. В итоге был достигнут вакуум

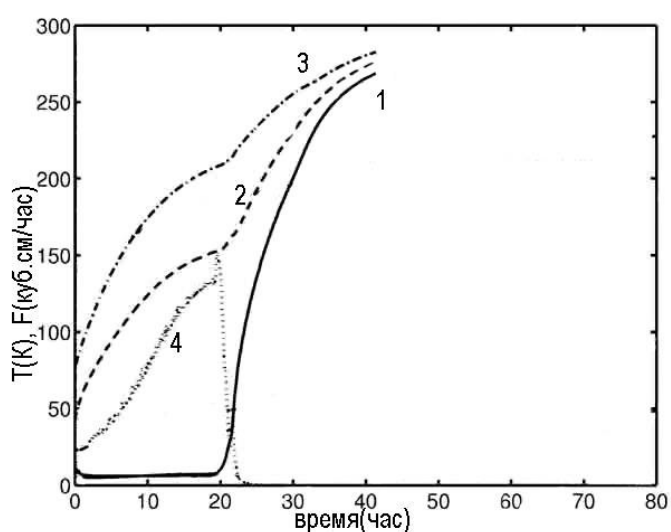


Рисунок 3.4 - Зависимости температуры от времени дна гелиевого бака – кривая 1, нижнего теплообменника – кривая 2, верхнего теплообменника) – кривая 3; расход жидкого гелия – кривая 4. Измерения проведены при вакууме $\sim 5 \times 10^{-8}$ мм рт. ст.

Экраны без обработки

$< 3 \times 10^{-10}$ мм рт. ст., а обдувка гелием с использованием масс-спектрометра не показала наличия течей.

После проведения сверхвысоковакуумных испытаний были проведены повторные криогенные испытания в сверхвысоковакуумной камере, при этом камера не прогревалась. Базовое давление во время испытаний было порядка 5×10^{-9} мм рт. ст. Результаты испытаний на этом этапе представлены на рисунке 3.5.

Обработка поверхности экранов привела к уменьшению коэффициента излучения и улучшению вакуума, что отразилось на результатах испытаний. Достигнутое время сохранения гелия в криостате, которое составляет 67 часов, что заметно длительнее, чем в работе [19].

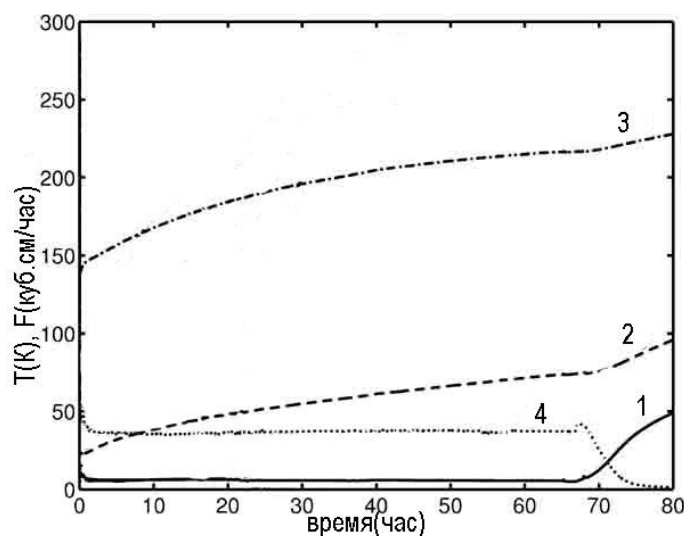


Рисунок 3.5 - Зависимости температуры от времени частей криостата. Измерения проведены при вакууме $\sim 5 \times 10^{-9}$ мм рт. ст.

Проведена обработка экранов

Температуры теплообменников не успевают прийти в стационарное состояние до окончания гелия в бачке — они начинают нагреваться сразу после окончания заливки жидкого гелия и нагрев продолжается все время, пока сохраняется жидкий гелий, так же как и в работе [19]. Однако, в отличие от работы [19] температура первого теплообменника остается ниже температуры жидкого азота. Это означает, что разработанный нами криостат имеет меньший теплоприток к гелиевому бачку по сравнению с криостатом [19], а так же к криостату, который бы имел азотный бачок.

В этом отношении, разработанный криостат существенно отличается от описанного ранее безазотного криостата (рисунок 3.1), в котором

температура первого экрана (SHIELD2, рисунок 3.2) близка к 100 К.

Кроме того в нашей конструкции температуры экранов и теплообменника отличаются в пределах 2-х градусов С, что указывает как на лучшую теплопроводность экранов из меди марки М0, чем из алюминия, так, вероятно, и на лучшее качество теплообменников. В конструкции [19] температуры теплообменников ниже, чем температуры экранов $T(H.E.B.) < T(SHIELD2)$ (см. рисунок 3.2) много более чем на 2 градуса С.

3.4 Использование криостата

Этот криостат был внедрен в Институте общей физики АН (Москва) для охлаждения сканирующего туннельного микроскопа. Этот микроскоп предназначен для изучения физических явлений на атомном уровне, а также проведения манипуляций атомного уровня на поверхности твердого тела.

3.5 Резюме

Представленная схема построения безазотного гелиевого криостата является оптимальной с точки зрения минимизации теплопритока к гелиевой ванне.

Использование сверхвысоковакуумного криостата в качестве предохладителя сорбционных рефрижераторов с откачкой ^3He , представленных в ГЛАВЕ 2, является перспективой для охлаждения СТМ до сверхнизких температур.

Конструкция криостата защищена патентом на полезную модель [A6].

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ШАХТНОГО КРИОСТАТА ДЛЯ НЕЙТРОННЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ

4.1 Постановка задачи

Исследования конденсированных сред при помощи рассеяния тепловых нейтронов в большинстве случаев требуют использования физической аппаратуры, позволяющей менять температуру в широком диапазоне температур (6-300) К [C1], [C2]. Этот диапазон можно обеспечить, используя криокулер замкнутого цикла. Для исследования веществ удобно пользоваться криостатом, который позволяет менять образец без разборки криостата и его размораживания. Для этого мы разработали ряд шахтных криостатов. Заметим, что все разработанные нами шахтные криостаты имеют ввод образца сверху вниз. Это обусловлено не только удобством конструкции, но и тем обстоятельством, что для обеспечения теплового контакта с камерой образца, которая охлаждается криокулером, необходимо использовать теплообменный газ, гелий. При вертикальном расположении шахты, мы имеем так называемый стояночный теплообменный газ. Это означает, что нет смешивания верхних теплых менее плотных слоев газа с нижними холодными более плотными слоями, т.е. нет конвекции газа, а значит теплопроводности связанной с переносом массы. Остается теплопроводность неподвижного газа. Оказывается, что теплоприток к камере образца за счет теплопроводности газа не существенно сказывается на конечной температуре. Остаются теплопритоки за счет радиационного излучения, которое легко подавить

при помощи экранов, а также теплоприток за счет теплопроводности материала шахты. Мы использовали в качестве материала шахты только нержавеющей сталь, которая имеет рекордно низкий коэффициент теплопроводности среди сплавов металлов в диапазоне температур от 300 К до гелиевых.

При конструировании шахтного криостата с охлаждением криокулером замкнутого цикла для работы на спектрометрах тепловых нейтронов обнаружилось, что эти криостаты не представлены в литературе, однако имеется линейка таких криостатов в ISIS нейтронном центре (Британия) с диаметром шахты до 100 мм. Также подобный криостат производится фирмой JANIS (США) - SHI-950T с шахтой диаметром 1,5 дюйма для образцов диаметром 1,25 дюйма. В последнее в ISIS ведутся работы по оснащению шахтных криостатов с контуром циркуляции гелия с целью понижения конечной температуры до уровня 1,5 К [20], [Чапмэн, 71]. Заметим, что развитие мини ожижителей гелия на базе криокулеров замкнутого цикла, которые легко встраиваются в систему сбора гелия любого гелиевого криостата, делают неактуальным это направление работ.

Специализация криостатов для работы на спектрометрах нейтронов накладывает условие на использование конструкционных материалов для оболочки криостата, радиационных тепловых экранов и камеры образца, находящихся в прямом пучке, с целью минимизации фона, связанного с рассеянием и ядерными реакциями. Для оболочки криостата, прежде всего, используются алюминиевые сплавы с малым содержанием легирующих примесей, которые имеют высокие технологические свойства, позволяя

изготавливать из него цилиндрические корпуса криостатов достаточной прочности при сравнительно тонких стенках. При этом малая величина сечения рассеяния на алюминии 1,5 барн, а также малая величина сечения поглощения 0,231 барн ядер ^{27}Al для энергии теплового нейтрона 0,25 эв и быстрое время полураспада 2,29 минут ядер ^{28}Al являются удобными свойствами для использования этого элемента в условиях нейтронных полей [15]. Что касается камер образца и радиационных экранов, то здесь лучше использовать материалы с нулевой амплитудой когерентного рассеяния для экспериментов по дифракции нейтронов. К таким материалам относятся, например, ванадий или титан-циркониевые сплавы.

Мы разработали линейку шахтных криостатов с шахтами диаметром 20 мм [B2], 70 мм [B3] и 120 мм [A7] с вертикальной загрузкой образца. Криостат с шахтой диаметром 120 мм является уникальным прибором, так как он предназначен для охлаждения массивных образцов, а именно, камер высокого давления.

4.2 Шахтный криостат с диаметром шахты 20 мм

В работе [B2] представлен шахтный криостат с диаметром шахты 20 мм. Этот криостат предназначался для порошкового дифракционного комплекса (ПДК), который был создан в лаборатории исследования материалов ПИЯФ РАН и в настоящее время установлен на реакторе Института ядерной физики и химии (г. Мяньян, КНР). Этот комплекс

предназначен для определения и уточнения кристаллических и магнитных структур веществ.

Проведение таких исследований имеет обширную сферу применения в фундаментальной физике твердого тела (например, исследование высокотемпературных сверхпроводников, перовскитов с колоссальным магнитосопротивлением и родственных материалов; определение магнитных структур в интерметаллидных соединениях и в смешанных оксидах редкоземельных и переходных металлов и т.д.).

Для выполнения этих исследований во многих случаях необходимо в широком диапазоне по определенной программе изменять и удерживать в течение длительного времени (несколько часов) температуру ампулы с порошковым образцом.

Особенности работы криокулера таковы, что регулировка температуры осуществляется за счет изменения мощности, которая подается на нагреватель. В этой связи оказывается важным подавать относительно небольшую мощность на нагреватель, расположенный вблизи образца, в верхнем диапазоне температуры. С другой стороны важно использовать все возможности криокулера при получении наиболее низкой температуры. Для этого необходимо использовать материал теплового моста между второй ступенью криокулера и образцом, имеющий низкую теплопроводность при высоких температурах и высокую теплопроводность при низких температурах. Этим свойством обладают

металлы высокой чистоты. Наиболее доступным материалом является медь.

4.2.1 Конструкция криостата

В качестве основы для разработки использовались криокулер CoolPower 5/100T фирмы Leybold с минимально достижимой температурой 5 К с термодинамическим циклом Гиффорда-Макмагона. Такие криокулеры имеют, как правило, значительный уровень вибраций, однако, именно в порошковой дифракции нейтронов влияние вибраций не сказывается на результатах. В то время мы посчитали, что этот криокулер имел весьма низкую цену при достаточно низкой, практически гелиевой температуре.

На рисунке 4.1 представлена схема криостата. Холодная головка криокулера CoolPower 5/100T 1 устанавливается на фланце криостата 2 диаметром 504 мм при помощи стандартного фланца ISO-160 3 и уплотнения 4. На фланце 2 по центральной оси устанавливается узел - шахта 5 для ввода образца, который уплотняется при помощи резинового уплотнения 6. Образец вводится посредством держателя через фланец KF25 с вильсоновским уплотнителем 7. Через фланец 8 производится откачка и наполнение шахты гелием, используемым в качестве теплообменного газа. Канал шахты для введения образца изготовлен из стальной трубки марки X18H10T диаметром 20 мм с толщиной стенки 0,3 мм. Канал находится в тепловом контакте с фланцем 9, который имеет температуру первой ступени 50-100 К в зависимости от температуры второй ступени. Канал оканчивается теплообменником 10, к которому

крепится, и при помощи прокладки из индия, герметично уплотняется вакуумный стакан 11, выполненный из ванадия. Криостат имеет корпус 12 и тепловой экран 13 первой ступени 10, которые изготовлены из алюминиевого сплава АМГ2. В тепловом экране 13 прорезано окно сектором 126^0 для прохождения падающих и рассеянных нейтронов. Это окно закрывается листовым ванадием толщиной 0,2 мм и одним слоем аллюминированного майлара, толщиной 50 мкм. Оставшаяся площадь экрана 13 и фланец 9 закрыты многослойной суперизоляцией. Тепловая связь между второй ступенью 14 криокулера и вакуумным стаканом осуществляется при помощи гибкого теплового моста 15, представляющего собой набор многожильной медной проволоки общим сечением около 1см^2 и длиной 7 см.

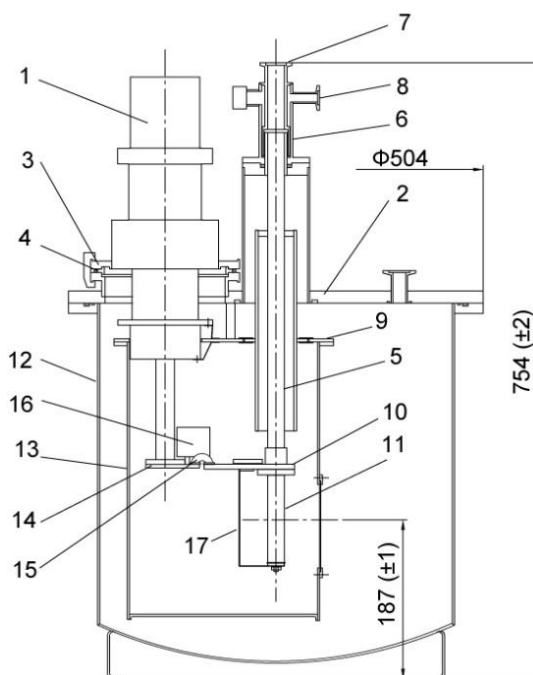


Рисунок 4.1 – Криостат [B2]

Из ванадия технологически трудно изготавливать герметичные оболочки, которые требуются для камер образца. Для изготовления герметичных оболочек из ванадия требуется сварка электронным лучом, а также технология сварки к переходным фланцам, что могут единичные лаборатории. Поэтому для камер образца проще использовать алюминий.

Криостат перед работой откачивается форвакуумным насосом до уровня 10^{-2} мм рт.ст. Из соображения удешевления вакуумной системы для поддержания вакуума в криостате мы отказались от использования турбомолекулярного насоса. Вместо турбомолекулярного насоса используется сорбционный насос 16, который располагается на второй ступени холодной головки криокулера. После откачки криостата, клапан откачки закрывается, сорбционный насос начинает откачивать при температуре второй ступени ниже 100 К. Для регулировки температуры на теплообменнике 10 расположен нагреватель, управляемый PID контроллером температуры. Для выравнивания температуры вдоль вакуумного стакана располагается медная пластина 17, которая имеет хороший тепловой контакт с теплообменником и нижней частью вакуумного стакана. Термометры А и Б устанавливались внизу снаружи вакуумного стакана и внутри на держателе образца в районе теплообменника 10 соответственно.

На держателе образца располагается ампула с образцом. Так как криостат предназначен для дифракции нейтронов, ампула изготовлена из $TiZr$ сплава с нулевой когерентной длиной рассеяния. Размеры канала шахты, теплообменника и вакуумного стакана позволяют работать с образцом до 18 мм в диаметре длиной до 100 мм.

Медный теплопровод а также зона теплообменника в нижней части вакуумного стакана закрыты экранами из нитрида бора для поглощения нейтронов, не участвующих в рассеянии на образце. На рисунке 4.2 показано горизонтальное сечение криостата в средней части вакуумного стакана. На рисунке 4.3 показана фотография низкотемпературной части криостата с установленными там экранами из нитрида бора - BN. Природный бор содержит 20% изотопа ^{10}B , который формирует пучок нейтронов за счет поглощения падающих и рассеянных нейтронов, так как сечение поглощения им тепловых нейтронов ~ 3837 барн [15]. На рисунке 4.4 представлена фотография криостата, установленного на ПДК.

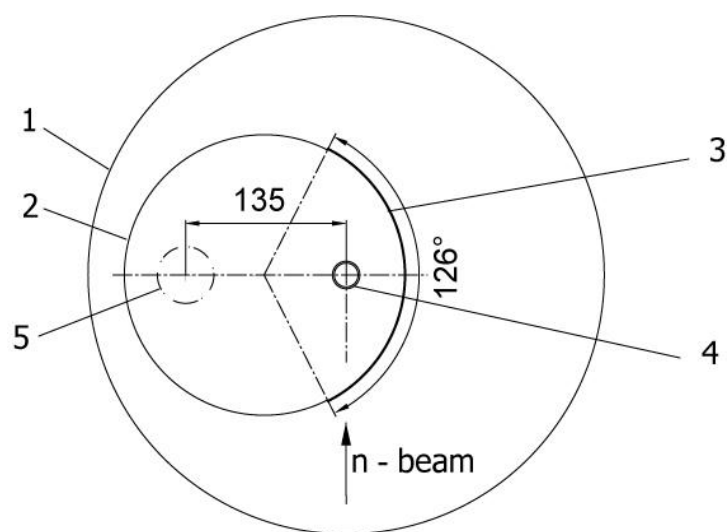


Рисунок 4.2 - Горизонтальное сечение криостата в середине камеры образца [B2]. (1) – корпус криостата, (2) – экран первой ступени холодной головки, (3) – окно для нейтронов, (4) – вакуумный стакан, (5) – положение второй ступени холодной головки, оси холодной головки и шахты отстоят друг от друга на 135 мм

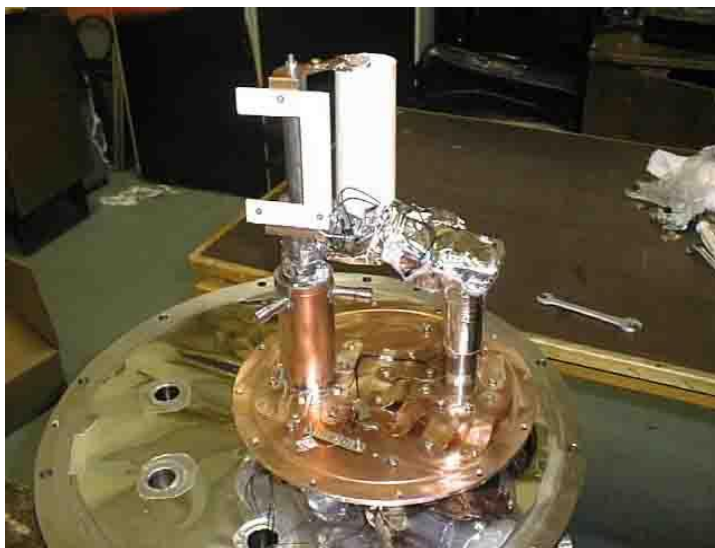


Рисунок 4.3 - Фотография внутренних частей криостата с экранами из нитрида бора [B2]



Рисунок 4.4 – Фотография криостата на ПДК

4.2.2 Результаты испытаний

В результате испытаний была достигнута минимальная температура 5,8 К (по термометру В, расположенному на вставке на медном держателе вблизи ампулы образца). Время охлаждения до 10 К составило около 100 минут. На рисунке 4.5 приведена зависимость температуры в криостате от времени при отключенном нагревателе. Из графика видно, что во время переходного процесса в процессе охлаждения от 300 до 10 К температура внизу вакуумного стакана и температура ампулы образца внутри шахты различаются, но при установившейся температуре показания термометров совпадают. Конечная температура теплообменника составила 6,0 К. При этом температура второй ступени холодной головки была 5,0 К.

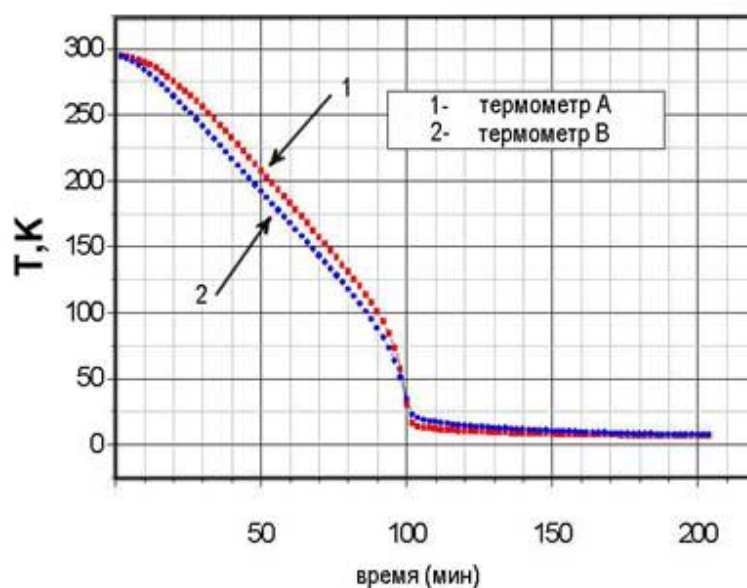


Рисунок 4.5 - Изменение температуры во время охлаждения [В2]

Дальнейшие испытания были направлены на подбор оптимальных PID параметров регулирования температуры с использованием температурного контроллера 9700 и программы управления контроллером установленной на РС. В результате были получены PID параметры равные 14, 200, 28. Значения этих параметров использовались для регулирования во всем температурном диапазоне от 10 до 300 К. Стабилизация производилась по термометру В, расположенному на держателе образца. Результаты приведены на рисунке 4.6. График демонстрирует процесс охлаждения от 300 до 10 К, затем процесс нагревания и стабилизации при температурах 200, 250, 300 К, а также процесс охлаждения и стабилизации при температуре 50 К. Показания датчиков А и В в режиме стабилизации при установившемся переходном процессе меньше 0,3 К для диапазона температур $6,2 < T < 150$ К и расходятся при $T > 150$ К. Криостат позволяет заменить образец в потоке гелия при любой температуре. Эта возможность была проверена при температуре 9 К. Штанга с ампулой образца и датчиком температуры В в потоке гелия была извлечена из шахты криостата в комнату, нагретую до 300 К и в потоке гелия вставлена обратно. Результаты этого эксперимента приведены на рисунке 4.7.

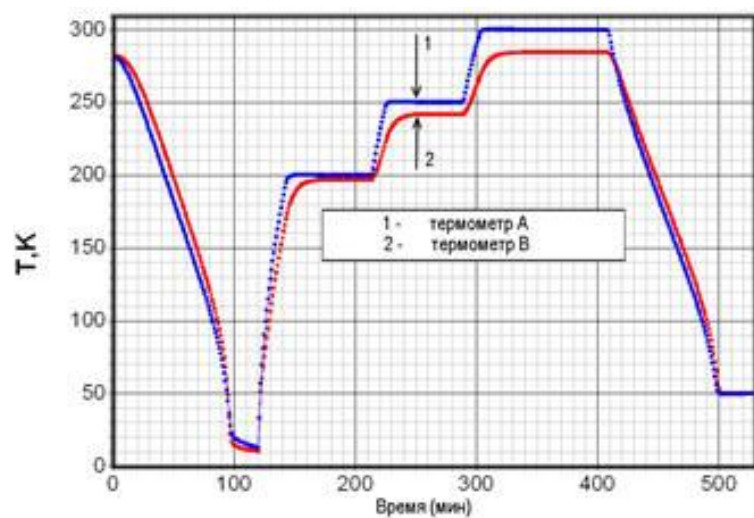


Рисунок 4.6 - Зависимость температуры в криостате от времени для двух термометров А и В [B2]

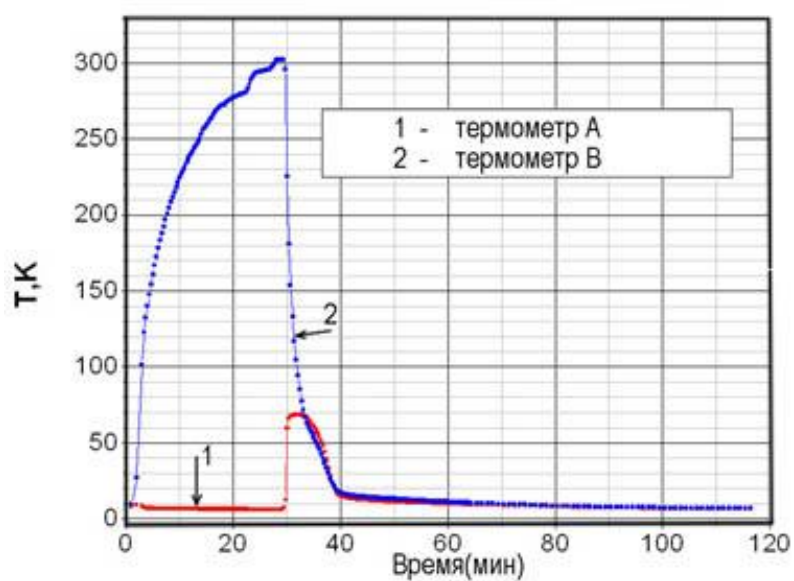


Рисунок 4.7 - Зависимость температуры от времени в криостате и в ампуле образца при удалении штанги образца из шахты криостата и при загрузке ее обратно [B2]

4.3 Шахтный криостат с диаметром шахты 70 мм

Дальнейшая работа по разработке шахтных криостатов была связана с использованием криокулера замкнутого цикла на пульсационных трубках. В нашем распоряжении был криокулер РТ405 фирмы CRYOMECH (США), который имел холодопроизводительность 0,5 Вт при 4,2 К. Криостат предназначался для 7 канала спектрометра нейтронов НЕРА-ПР реактора ИБР-2 (ОИЯИ). Диаметр шахты 70 мм определялся горизонтальным размером сечения зеркального нейтроновода этого спектрометра.

4.3.1 Конструкция криостата

Конструкция криостата [ВЗ] представлена на рисунке 4.8, его фотография на спектрометре НЕРА ПР представлена на рисунке 4.9.

Холодная головка РТ405 1 устанавливается на фланце криостата 2 диаметром 504 мм. На фланце 2 по центральной оси устанавливается узел - шахта 4 для ввода образца. Капка криостата 3 имеет загрузочное устройство 5 для введения образца, и фланец NW25 6 для откачки и наполнения шахты гелием, используемым в качестве теплообменного газа. Шахта 4 изготовлена из стальной трубки марки Х18Н10Т диаметром 70 мм с толщиной стенки 0,3 мм, оканчивающийся теплообменником 12, к которому на индиевом уплотнении крепится камера образца 14 из алюминиевого сплава АМГ2. Вакуумный корпус 9 и тепловой экран 8 первой ступени холодной головки 1 изготовлены из алюминиевого сплава

АМГ2. Вакуум в криостате обеспечивается на предварительном этапе откачкой форвакуумным насосом. При достижении вакуума 10^{-2} мм рт. ст. вакуумный насос отсекается вентилем. После включения криокулера при температуре ниже 100 К начинает работать сорбционный насос, который расположен на первой ступени холодной головки. Такой порядок поддержания вакуума нам представляется удачным, так как не требует использования турбомолекулярного насоса. На фланце 2 расположены патрубки NW25, которые используются для размещения датчика измерения вакуума и для вывода измерительных проводов термодатчиков и проводов нагревателя. Теплопередача от теплообменника 13 ко второй ступени 10 холодной головки производится при помощи гибкого теплового моста 11. Температура образца изменяется при помощи нагревателя 12, который находится между гибким тепловым мостом 11 и теплообменником 13. Такое расположение нагревателя, теплообменника с одной стороны и теплопроводности стенок камеры образца с другой стороны оказалось достаточным для получения равномерной температуры по всему объему камеры при наличии в ней теплообменного газа.

Загрузка образца

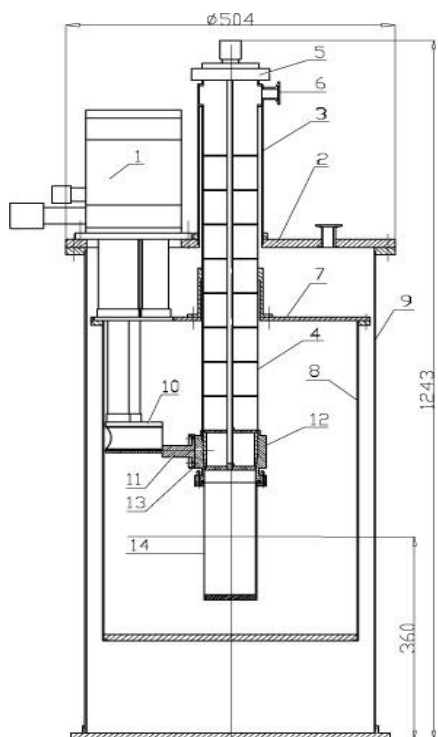


Рисунок 4.8 – Криостат [B3]



Рисунок 4.9 – Криостат на спектрометре НЕРА ПР

может производиться как при выключенном криокулере и комнатной температуре, так и при работающем криокулере при любом температурном режиме. При загрузке в первом случае достаточно открыть шлюзовое устройство, загрузить образец, вакуумировать шахту и напустить в нее теплообменный газ – гелий. Во втором случае при вскрытии шлюзового устройства и погружении образца в шахту необходимо обеспечить проток гелия при атмосферном давлении, затем после герметизации шлюзового устройства установить давление теплообменного газа 30 мм рт. ст. при комнатной температуре или 1 мм рт. ст. при низкотемпературном режиме. Вакууммирование шахты и напуск гелия производится при помощи газового пульта.

4.3.2 Результаты испытаний

Криостат был предварительно испытан в эксперименте по термоциклированию сварных вакуумных соединений труб из титана и нержавеющей стали с целью определения надежности сварного шва [ВЗ]. Сварочный шов отличался тем, что производился методом взрыва. График охлаждения представлен на рисунке 4.10. Образцы соединений труб с конструкционными фланцами имели массу примерно 1 кг. Конечная температура образца в этом криостате - 5,2 К. При этом температура второй ступени была 4,05 К.

Для регулирования температуры использовался нагреватель фирмы Leybold 50 Ом, 50 Вт, контроллер модели 336 фирмы LakeShore (США). В качестве термометров - кремниевые диоды ДТ670.

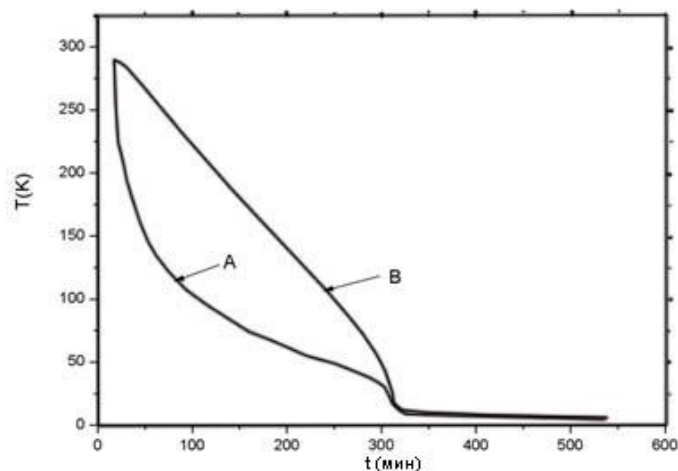


Рисунок 4.10- Температура в зависимости от времени [B3]. А - температура второй ступени криокулера, В - температура образца

При температуре в вакуумном стакане 300 К и работающем рефрижераторе температура второй ступени холодной головки не превышает 150 К.

4.4 Шахтный криостат с диаметром шахты 120 мм

В Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка Объединенного института ядерных исследований сконструирован и изготовлен криостат с вертикальной шахтой для загрузки и охлаждения камер высокого давления с сапфировыми и алмазными наковальнями [A7], [C4]. Задача осложнялась тем, что необходимо было вводить в холодную зону камеру высокого давления как в вертикальной, так и в горизонтальной ориентации. Последнее обстоятельство определило диаметр камеры образца. Он

оказался равным 120 мм. Расчеты теплопритока по трубе шахты, которую сделали из нержавеющей стали, а также теплопритока по стоячему газу, который можно было оценить исходя из опыта работы с шахтным криостатом с диаметром шахты 20 мм, показывали, что если использовать криокулер с холодопроизводительностью 0,6 Ватт при 4,2 К, то возможно получить конечную температуру немногим выше, чем 5 К при условии, что общий теплоприток к камере высокого давления составит 0,6 – 0,8 Ватт. В качестве охладителя мы выбрали рефрижератор на пульсационных трубах SRP-062B фирмы SUMITOMO.

Использование криокулера именно на пульсационных трубах для этой задачи было важным, так как наличие вибраций от работающего криокулера является критичным для экспериментов с точечной коллимацией пучка нейтронов, требующейся при работе с образцами размером менее одного миллиметра. Также наличие вибраций критично для удержания давления в самих камерах.

4.4.1 Конструкция шахтного криостата

На рисунке 4.11 представлена схема криостата. Холодная головка SRP-062B 1 устанавливается на фланце криостата 2. Капка криостата 3 имеет загрузочное устройство 5 для введения образца, и патрубков 6 для откачки и наполнения шахты гелием, используемым в качестве теплообменного газа. Шахта 4 изготовлена из стальной трубки марки X18H10T диаметром

150 мм с толщиной стенки 0,3 мм. Нижний конец шахты оканчивается

теплообменником 12, к которому на индиевом уплотнении крепится камера образца 14 из алюминиевого сплава АМГ2. Внутренний диаметр камеры шахты криостата равен 120 мм. Криостат позволяет охлаждать

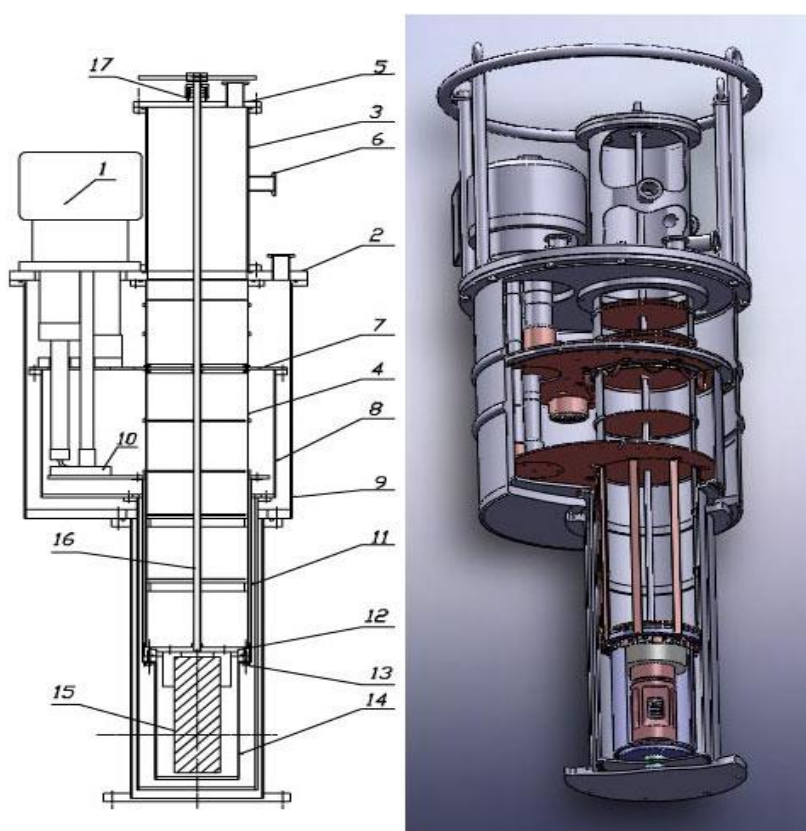


Рисунок 4.11 – Криостат [А7].

камеры длиной до 200 мм (при вертикальной ориентации) и до 110 мм (при горизонтальной ориентации камеры. Вакуумный корпус 9 в нижней своей части и тепловой экран 8 первой ступени холодной головки 1 изготовлены из алюминиевого сплава АМГ2. Вакуум в криостате обеспечивается на предварительном этапе откачкой форвакуумным насосом. При достижении вакуума 10^{-2} мбар форвакуумная откачка прекращается. После включения

криокулера при температуре ниже 100 К начинает работать сорбционный насос, который расположен на первой ступени холодной головки, при этом достигается вакуум 10^{-7} мбар. Такой порядок поддержания вакуума нам представляется удачным, так как не требует применения дорогостоящего турбомолекулярного насоса, что мы отметили при разработке первого шахтного криостата. На фланце 2 расположены патрубки, которые используются для размещения датчика измерения вакуума и для вывода измерительных проводов термометров и нагревателя. Теплопередача между теплообменником 12 и второй ступенью холодной головки 10 осуществляется при помощи гибкого теплового моста 11. Гибкий тепловой мост 11 представляет собой 8 лент из меди марки М0Б толщиной 1 мм и длиной 317 мм. Температура образца изменяется при помощи нагревателя 13, который находится в вакууме на фланце камеры образца 14. С одной стороны такое расположение нагревателя 13 и теплообменника 12 и с другой стороны хорошая теплопроводность стенок камеры образца обеспечили получение равномерной температуры по всему объему камеры при наличии в ней теплообменного газа. При этом показания термометров, расположенных внизу и наверху камеры образца 14, а также на нижнем фланце вставки и камере высокого давления отличаются не более 0,5 К в диапазоне (6-100) К.

Загрузка образца может производиться как при комнатной температуре (криокулер выключен), так и при любом температурном режиме (криокулер работает). При загрузке в первом случае достаточно открыть шлюзовое устройство, загрузить образец, откачать шахту до форвакуума и напустить в нее теплообменный газ – гелий до давления 30 мм рт. ст.. Во втором случае при вскрытии шлюзового устройства и погружении образца

в шахту необходимо обеспечить проток гелия при атмосферном давлении, затем после герметизации шлюзового устройства установить давление теплообменного газа 1-3 мм рт. ст.. Давление гелия в шахте при температуре 6 К устанавливается 0,2-0,4 мм рт. ст., что достаточно для надежного охлаждения камеры. Откачка шахты и напуск гелия производится при помощи газового пульта и форвакуумного насоса.

4.4.2 Результаты испытаний

В опытах использовалась камера высокого давления массой 3,5 кг. Для измерения и регулирования температуры использовался контроллер 9700 фирмы Scientific Instruments и нагреватель сопротивлением 50 Ом. К контроллеру подключались два температурных Si-диода DT470. Термометр А устанавливался на самой камере высокого давления вблизи алмазных наковален. В результате испытаний была достигнута минимальная температура 6 К по термометру В, расположенному на нижнем фланце вставки, на котором устанавливается камера высокого давления. При этом температура второй ступени холодной головки была 3,8 К.

На рисунке 4.12 представлены графики охлаждения без камеры высокого давления (левая кривая) и с камерой высокого давления [72] (правая группа кривых, А и В). В обоих случаях охлаждение производилось от комнатной температуры.

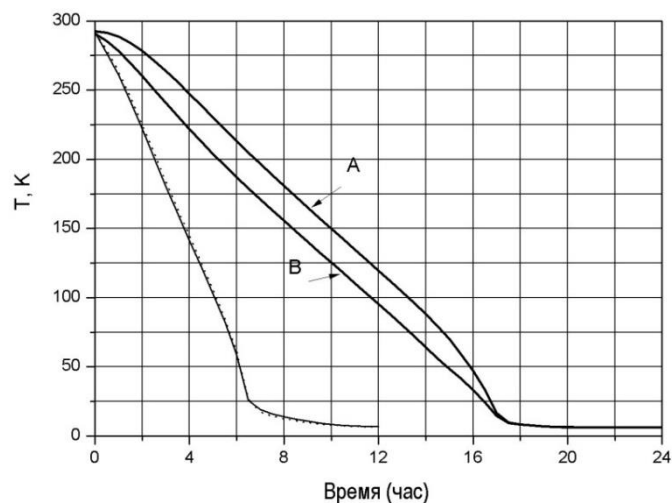


Рисунок 4.12 - Температура как функция времени [А7]. Левая кривая показывает ход охлаждения без камеры. Правая группа кривых, (термометры А и В), показывает ход охлаждения с камерой

На рисунке 4.13 показана зависимость температуры камеры от времени в процессе охлаждения и в режиме стабилизации температуры 7 К. Охлаждение до 7 К заняло 17 часов. Термометр обратной связи (термометр В) был расположен на нижнем фланце вставки. В шахте находится теплообменный газ. Параметры регулирования P,I,D (14,500,0), регулировка осуществляется по термометру В.

На рисунке 4.14 приведена зависимость температуры камеры высокого давления (термометр А) и температуры теплообменника вставки (термометр В) от времени при стабилизации температуры на разных уровнях температур.

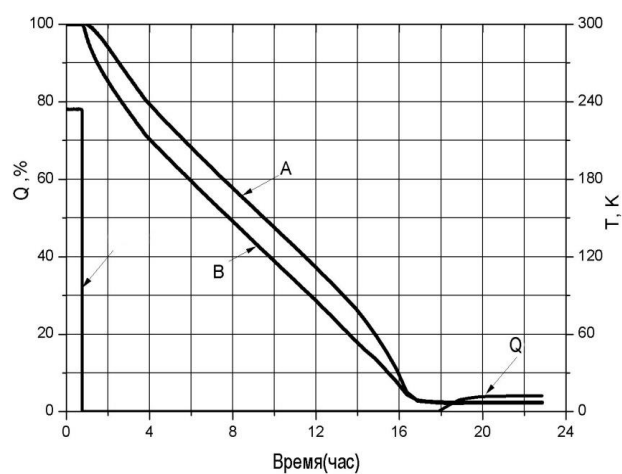


Рисунок 4.13-Температура как функция времени. Мощность нагревателя Q как функция времени [A7]. Максимальная мощность нагревателя установлена 90% (при 100% 50 Вт)

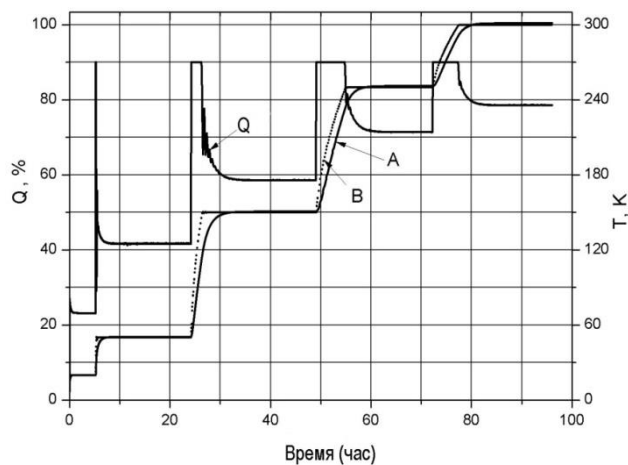


Рисунок 4.14 -Температура как функция времени. Мощность нагревателя как функция времени [A7]. Производится стабилизация температуры при 20 К, 50 К, 150 К, 250 К и 300 К при P,I,D параметрах (14,500,0). Регулировка производится по термометру B

Криостат был установлен на дифрактометре ДИСК в РНЦ «Курчатовский институт» на исследовательском реакторе ИР-8. В настоящее время криостат является составляющей частью этого дифрактометра. На рисунке 4.15 показано расположение криостата на дифрактометре, а также фотография получившейся установки.

Работоспособность криостата была проверена при исследовании

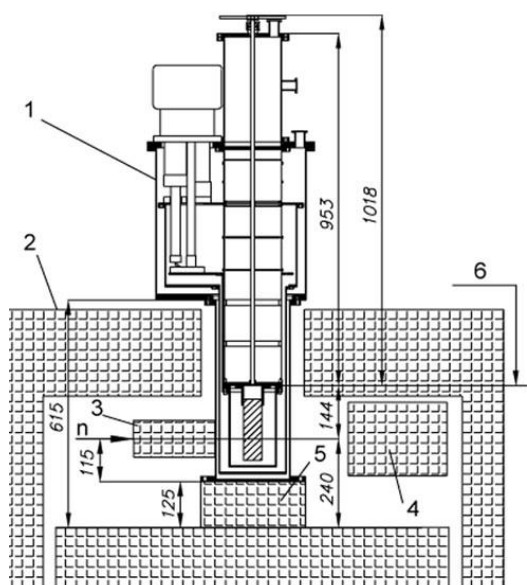


Рисунок 4.15 - Расположение криостата на дифрактометре ДИСК на реакторе ИР-8 [А7]. 1 – криостат, 2 – биологическая защита, 3 – коллиматор, 4 – детектор, 5 – юстировочный стол, 6 - уровень, ниже которого располагается образец

антиферромагнитной структуры нормальных шпинелей на примере цинкового феррита под действием высоких давлений [73].



Рисунок 4.16 - Камера высокого давления массой 3,5 кг [А7]. В центре камеры видны сапфировые наконечники. Образец в виде порошка помещался в отверстие диаметром 2 мм в *VNb* прокладке толщиной 1 мм

4.5 Резюме

Разработаны и успешно внедрены на физические установки ПДК, НЕРА-ПР, ДИСК шахтные криостаты с величиной проходного диаметра для образца равной 20 мм, 70 мм и 120 мм для работы в диапазоне температур 5-300 К с охлаждением криокулерами замкнутого цикла.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан криостат с рефрижератором растворения ^3He в ^4He , который дополнен рефрижератором откачки ^3He или ^4He , камера растворения и испаритель которых соединены теплообменником. Через вертикальный канал откачки рефрижератора испарения можно менять образец без отогрева и разборки криостата. Изучено поведение криостата в различных режимах работы. Режим работы с жидким гелием-4 в сборнике позволит использовать криостат на спектрометрах тепловых нейтронов. Апробация работы криостата проводилась в тестовых измерениях сопротивления $p\text{-InSb(Mn)}$ в зависимости от температуры и от величины магнитного поля.
2. Разработан ряд двухступенчатых автономных сорбционных рефрижераторов для работы на температурном уровне до 0,3 К. Рефрижераторы могут охлаждаться как в гелиевых криостатах, так и использованием криокулеров замкнутого цикла.
3. Разработан сверхвысоковакуумный безазотный гелиевый криостат с малыми тепловыми потерями. Конструкция криостата защищена Патентом РФ. Криостат используется для охлаждения сканирующего туннельного микроскопа (СТМ).
4. Разработаны шахтные криостаты с изменяемой температурой в диапазоне температур 6 – 300 К, охлаждаемые криокулерами замкнутого цикла. Эти криостаты расположены на спектрометрах нейтронов в трех нейтронных центрах.
5. Обзор представленных работ докладывался в [С5].

Публикации автора по теме диссертации

1. Статьи в ведущих научных журналах, входящих в перечень ВАК, и патенты:

- [A1]. *Chernikov, A.N.* Installation for producing low temperatures on the 0.028 – 4.2 range/ **A.N. Chernikov**, Yu.F.Kiselev//Cryogenics, 1990, Vol. 30, p. 52 – 55
- [A2]. *Obukhov, S.A.* Low temperature resistance of p-InSb(Mn) / S.A.Obukhov, B.S. Neganov, Yu.F. Kiselev, **A.N. Chernikov**, V.S.Vekshina, N.I.Pepic, and A.N.Popkov. //Cryogenics, 1991, Vol. 31, p. 874-877
- [A3]. *Trofimov, V.N.* Autonomous sorption refrigerator for cooling to 0.3 K / V.N. Trofimov, **A.N. Chernikov** // Instruments and Experimental Techniques. 2003. V.46(4), p. 576-577
- [A4]. *Chernikov, A.N.* Helium-3 adsorption refrigerator cooled with a closed cycle cryocooler/ **A.N.Chernikov** and V.N.Trofimov // Journal of Surface Investigation. X_ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2014, Vol. 8, No. 5, p. 952–956
- [A5]. *Vystavkin, A.N.* High-sensitivity 0.13–0.38-thz matrix radiometer based on superconducting bolometers for the BTA telescope/ A.N. Vystavkin, S.V. Shitov, S. E. Bankov, A. G. Kovalenko, A. V. Pestryakov, I. A. Kon, A. V. Uvarov, V. F. Vdovin, V. G. Perminov, V. N. Trofimov, **A. N. Chernikov**, M. G. Mingaliev, G. V. Yakopov, and V. F. Zabolotniy. // Radiophysics and Quantum Electronics, 2007, V. 50(10–11), p. 852-857
- [A6]. *Трофимов, В.Н.* Система охлаждения сканирующего сверхвысоковакуумного туннельного микроскопа / Трофимов В.Н.,

Черников А.Н., Зайцев-Зотов С.В. // Патент РФ №62691, приоритет от 6.12.2006

[A7]. *Chernikov, A.N.* Shaft Cryostat on the Basis of a Pulse Tube Closed Loop Cryocooler for Cooling High Pressure Chambers with Diamond and Sapphire Anvils / **Chernikov A.N.**, Buzdavin A.P., Zhuravlev V.V., Ryom Gwang Chol and Glazkov V.P. // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2010, V.4(6), p. 898-902

2. Препринты и сообщения ОИЯИ:

В1. *Киселев, Ю.Ф.*, Устройство для получения низких температур в диапазоне 0.028 – 4.2 К / Киселев Ю.Ф., **Черников А.Н.** // Препринт ОИЯИ, P8-89-470, 1989, с.1-10

В2. **Черников, А.Н.** Шахтный криостат для порошковой дифракции нейтронов на основе рефрижератора замкнутого цикла для работы в диапазоне температур 6 - 300 К / **Черников А.Н.**, Журавлев В.В., Ульянов В.А., Трунов В.А., Булкин А.П., Колхидашвили М.Р. // Сообщения ОИЯИ, 2005, P8-2005-23, с.1-10

В3. *Budagov, J.A.* Leak Rate Measurements on Bimetallic Transition Samples for ILC Cryomodules / J.Budagov, **A.Chernikov**, B.Sabirov, A.Sissakian, G.Shirkov, A.Sukhanova, I.Malkov, V.Perevozchikov, V.Rybakov, V.Zhigalov, A.Basti, F.Bedeschi, F.Frasconi, S.Linari, R.Kephart, S.Nagaitsev // JINR Communication E13-2008-110, Dubna, 2008, p.1-10

3. Тезисы и материалы докладов на научных конференциях:

C1. *Chernikov, A.N.* Development of laboratory cryostats in the cryogenics research group of FLNP JINR / **Chernikov A.N.**, Zuravlev V.V., Buzdavin

- A.P. Rem Gwang Chol, Trofimov V.N. // "XVIII International Seminar on Interaction of Neutrons with Nuclei (ISINN-18)" book of abstracts, - Dubna, Russia, 26-29 May 2010.- p. 40
- C2. *Черников, А. Н.* Шахтные криостаты для нейтронных исследований в диапазоне температур 6-300К / **А.Н. Черников** //XXI Совещание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния, РНИКС-2010, Тезисы, Москва.16-19 ноября 2010 - с.162
- C3. *Trofimov, V.N.* Design and performance of double stage He4/He3 refrigerator with cryosorption pumps / Trofimov, V.N., **Chernikov A.N.**, Vdovin V.F., Perminov V.G., Mansfeld M.A. // Proceeding of the Twenty-Third International Cryogenic Engineering Conference and International Cryogenic Materials Conference 2010 (ICEC23-ICMC2010) Wroclaw, Poland, July 19 – 23, 2010 (Wroclaw 2011) - p. 645-647
- C4. *Черников, А.Н.* Шахтный криостат для охлаждения камер высокого давления с алмазными и сапфировыми наковальнями / **Черников А.Н.**, Буздавин А.П., Журавлев В.В., Рем Кван Чол, Глазков В.П. // VII Национальная конференция "Рентгеновское, Синхротронное излучение, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов" РСНЭ_НБИК 2009, Тезисы, Москва,16-21 ноября 2009 - стр. 619
- C5. *Chernikov, A.N.* Facility update of the JINR / **Chernikov A.N.** // 8th International Workshop on Sample Environment @ Neutron Scattering Facilities, Oxfordshire and ISIS, 12 -16 October 2014.

Список цитируемой литературы

1. *Mikulin, E.I.* Low-temperature expansion pulse tubes.,/ Mikulin, E.I., Tarasov, A.A., and Shkrebyonock, M., P. // *Advances in Cryogenic Engineering* 29, 1984, p. 629-637
2. *De Boer, P.C.T.* Analysis of basic pulse-tube refrigerator with regenerator/ De Boer, P.C.T. // *Cryogenics*, 1995, 35, p.547-543
3. *De Boer, P.C.T.* Heat removal in the orifice pulse-tube/De Boer, P.C.T.// *Cryogenics*, 1998,38, p.342-357
4. *De Waele*, Thermodynamical aspects of pulse tubes / De Waele, A.T.A.M., Steijaert P.P., Gijzen J. // *Cryogenics*, 1997, 37, p.313-324
5. *Gschneidner K.A.* Low temperature cryocooler regenerator materials/ Gschneidner K.A., Pecharsky A.O., Pecharsky V.K. // Paper No.13, 12th Intern. Cryocooler Conf. , June 18-20, 2002, Boston, MA
6. *Малков, М.П.* Справочник по физико-техническим основам криогеники / Малков, М.П. // 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергоатомиздат, 1985
7. *Кеезом, В.* Гелий / Кеезом В. // М.: Издательство иностранной литературы, 1949 г. -542 с.
8. *Лоунасмаа, О.В.* Принципы и методы получения температур ниже 1 К / О.В.Лоунасмаа // Москва, «Мир», 1977, - 356 с.
9. *Ландау, Л.Д.* Теория сверхтекучести гелия-II / Ландау Л.Д.//ЖЭТФ 11 (6), 592 (1941), стр. 495-520
10. *London H.* Osmotic pressure of ^3He in liquid ^4He with proposal for a refrigerator to work below 1 K / London H., Clarke G.R., Mendoza E.//*Phys.Rev.*, 1962, 128, p.1992-2005

11. *Неганов Б.С.* Метод получения низких температур, основанный на растворении ^3He в ^4He / Неганов Б.С., Борисов Н., Либург М.// ЖЭТФ, 1966, V.50, p.1445
12. *Taconis K.W.* ^4He - ^3He refrigerator through which ^4He is circulated/ Taconis K.W., Pennings N.H., Das P. and Ouboter B.// Physica, 56, 1971, p.168-170
13. *Burmistrov, S.N.* Electrically driven ^4He circulating dilution refrigerator for cooling aboard spacecraft / Burmistrov S.N., T.Satoh // Cryogenics, 41, 2001, p.637-647
14. *Heeringa, W.* Polarized targets in nuclear and high energy physics / Heeringa W.// Kfk 3062, 1980, p.1-23
15. *Sears, V.F.* Neutron scattering lengths and cross sections / Sears, V.F. // Neutron news, 1992, V.3, N.3, p.29-37
16. *Maiani, T.* A two-stage ^3He - ^4He fridge for bolometric photometry / T. Maiani, P. Bernardis, M. De Petris, S. Granata, S. Masi, A. Orlando, E. Aquilini, P. Cardoni, L. Martinis, F. Scaramuzzi. // Cryogenics. 1999. V.39(5) p. 459-464
17. *Bhatia, R.S.* A Three-stage Helium Sorption Refrigerator for Cooling Infrared detectors to 280 mK / R.S.Bhatia, S.T. Chase, S.F. Edgington, J. Glenn, W.C. Jones, A.E. Lange, B. Maffei, A.K. Mainzer, P.D. Mauskopf, B.J. Philhour, B.K. Rownd // Cryogenics. 2000. V.40(1) p. 685-691
18. *Выставкин А.Н.*, Мультиплексирование сигналов в решетках прямых детекторов методом проекций / Выставкин А.Н., Пестряков А.В.// Радиотехника и электроника, 2003, Том 48 (9), стр. 1085-1092
19. *Okamoto, H.* A low-loss, ultrahigh vacuum compatible helium cryostat without liquid nitrogen shield / Hiroshi Okamoto and Dongmin Chen // Rev. Sci. Instr. 2001. Issue 72, 1510-1517

20. *Kirichek, O.* A Top Loading Cryogen Free Cryostat for Low Temperature Sample Environment / Kirichek, O., Foster, T. J., Down, R. B. E., Clapton, D., Chapman, C. R., Garside, J., Bowden, Z. // *Journal of Low Temperature Physics*, 2013, Volume 171, Issue 5-6, p. 737-741
21. *Джеффрис К.* Динамическая ориентация ядер /Джеффрис К. // “Мир”. Москва, 1965.
22. *Alfimenkov V.P.* Development of dynamic nuclear alignment method/ Bazhenov M.A., Beda A.G., Chernikov A.N., Lason L., Mareev Yu.D., Novitsky V.V., Pikelner L.B., Pikelner T.L. Alfimenkov V.P.// *Proceeding of ISSIN-9*. May 23-26, 2001, Dubna, Russia, p. 462-464.
23. *Van Den Brandt*, Dilution refrigerators for particle physics experiments: Two variants with sample cooling by helium-4/Van Den Brandt , P Hautle, J. A. Konter, F. M. Piegsa, J. P. Urrego-Blanco // *Journal of Physics: Conference Series* 01/2009; 150(1)
24. *Pavlov, V.N.* Combined ^3He - ^4He Dilution Refrigerator /V.N. Pavlov, B.S. Neganov, J. Konicek and J. Ota.A // *Cryogenics*, 1978, 18, p. 115-119.
25. *Pavlov, V.N.* Low temperature heat exchanger for an ^3He - ^4He dilution refrigerator/ Pavlov, V.N. // *Cryogenics*, 1982, 22, 6 , p. 318-321
26. *Roubeau, P.* A dilution refrigerator for neutron experiments / Roubeau, P. // *Proceedings of the sixth International Engineering Conference (ICEC 6)*, Grenoble 1976 - IPC Science and Technology Press. p. 99
27. *Hilton, P.A.* Fully portable, highly flexible dilution refrigerator systems for neutron scattering /P.A. Hilton, N.W. Kerley. // *Rev. Phys. Appl. (Paris)* 19, 775-777 (1984)
28. *Frossati, G.* Conventional Cycle Dilution Refrigeration Down to 2.0 mK/ Frossati, G. H. Godfrin, B. Hebral, G. Schumacher and D. Thoulouze // *Proceedings of ULT Hakoné Symposium* 1977, p.205-225

29. *Frossati, G.* Obtaining Ultralow Temperatures by Dilution of ^3He into ^4He / *J.G.Frossati* // *Physique C* 39, p.1578 (1978)
30. *Edwards, D.O.* Phase separation in ^3He mixtures near absolute zero/ *Edwards D.O., Daunt J.G.* // *Phis. Rev.* 124(3), p.640(1961)
31. *Григорьев, В.Н.* Исследование ректификации смесей изотопов гелия в безнасадочных колонках/ *В.Н.Григорьев, Б.Н.Есельсон, В.А.Михеев, О.А.Толкачева* // *ЖЭТФ*, 52(4) с.871-874(1967)
32. *Fairbank, H. A.* Heat Transfer in Liquid Helium below 1 degrees K / *H. A. Fairbank and J. Wilks* // *Proc. R. Soc. Lond. A* September 20, 1955 231 1187 545-555;
33. *Abel, W. R.* Conductivity of Pure He^3 and of Dilute Solutions of ^3He in ^4He at Low Temperatures / *W. R. Abel, R. T. Johnson, J. C. Wheatley W. Zimmermann, Jr.* Thermal.// *Phys. Rev. Lett.* 18, 737–740 (1967)
34. *Wheatley, J. C.* Dilute Solutions of ^3He in ^4He at Low Temperatures/*J. C. Wheatley*// *American Journal of Physics* // 36(3),181-210 (1968)
35. *Бенда, В.* Рефрижератор растворения ^3He - ^4He средней мощности / *Бенда, В.Неганов, Б.С.* // *Препринт ОИЯИ.* 1984, Р8-84-772. стр.1-10
36. *Obukhov, S.A.* New Low-Temperature Thermistors InSb:Mn for Nuclear Cryogenic Detectors/ *Obukhov, S.A., V.N. Trofimov* // *Journal de Physique*, C3-169 (1996)
37. *Van Den Brandt,* Dynamic nuclear polarization in thin polyethylene foils cooled via a superfluid ^4He film / *Van Den Brandt, P Hautle, Kisselev Y.F., Konter J. A., Mango S.* // *NIM in Phys. Res.*, A381, 1996, p.219
38. *Seidel, G.* ^3He Cryostat for Measuring Specific Heat *G. Seidel, P.H. Keesom*// *Rev. Sci. Instrum.* 1958. V.29(7) p. 606
39. *Martin, D.L.* The Electronic Specific Heat of Lithium Isotopes/ *D.L. Martin* // *Proc. R. Soc. London, Ser. A.* 1961. V.263. p. 378 - 386

40. *Esel'son ,B.N.* A simple ^3He cryostat / Esel'son B.N., Lazarev B.G., Shvets A.D. // *Cryogenics*.1963. V.3(4) P. 207-208
41. *Mate, C.F.* ^3He Cryostat with Adsorption Pumping /Mate C.F., Harris-Lowe R., Davis W.L., Daunt J.G. // *Rev.Sci. Instrum.* 1965. V.36(3)p. 369
42. *Naoto Arai.* Construction of a ^3He calorimeter and heat capacity measurements of the 1965 calorimetry conference copper standard between 0.4 and 20K / Naoto Arai, Michio Sorai, Hiroshi Suga, and Syuzo Seki // *Bulletin of the chemical society of Japan*. 1977.V.50(7) P. 1702-1709.
43. *Kockelmann, W.* A charcoal-pumped ^3He cryostat for neutron diffraction./ W. Kockelmann W. Schäfer, G. Will, J. Chazipetros, B. Dujka and W. Schuster // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. 1991. V. 305. p. 435-441
44. *Walton,D.* A compact ^3He cryostat using activated charcoal /Walton,D., Timusk, T., Sievers, A.J. // *Review of Scientific Instruments*. V. 42, p.1265
45. *Swartz, E.T.* Charcoal-pumped ^3He cryostats for storage Dewars/ E.T.Swartz // *Rev. Sci. Instrum.* 1987.V.58(5) p. 881
46. *Троицкий, В.Ф.* Портативный рефрижератор с ^3He / Троицкий В.Ф., Фрадков А.В.// *Приборы и техника эксперимента*. 1984. Вып. 2. p.210-212
47. *Edel'man,V.S.,* A $^3\text{He}/^4\text{He}$ refrigerator with a adsorption pump/ Edelman,V.S// *Cryogenics*. 1972. V12. p. 385.
48. *Torre, J. P.* Heat switch for liquid-helium temperatures /J.P. Torre, G. Chanin // *Rev.Sci.Instrum*.1984. V.55(2) p.213-215
49. *Dall'Oglio, G.* New $^3\text{He}/^4\text{He}$ refrigerator / Dall'Oglio, L. Pizzo, L.Piccirillo, L. Martini // *Cryogenics*. 1991. V. 31(1) p.61-63.
50. *Dall'Oglio, W.* Improved ^3He refrigerator/ Dall'Oglio, Fischer, L. Martinis, L. Pizzo // *Cryogenics*.1993. V.33(2). p. 213-214

51. *Graziani, A.* A new generation of ^3He refrigerators / A.Graziani, G. Dall'Oglio, L. Martinis, L. Pizzo, L. Sabbatini // *Cryogenics*. 2003. V.43(12) p. 659-662
52. *Pizzo, L.* A multipurpose ^3He refrigerator / L.Pizzo, G. Dall'Oglio, L. Martinis, L. Sabbatini // *Cryogenics*. 2006. V.46(10) p. 762-764
53. *Stepankin, V.* Autonomous ^3He and ^4He Charcoal Pumped Insertable Cryostat / V.Stepankin, V.Trofimov. // *Physica B*. 1994. V.194-196. Part1, 2. p. 39-40
54. *Stepankin, V.* Compact universal ^3He and ^4He charcoal pumped insertable cryostat / V.Stepankin, V.Trofimov, B.S.Neganov //Fifteenth International Cryogenic Engineering Conference. *Cryogenics*. 1994. V.34(1) p. 247-250
55. *P. Palumbo,* Balloon-borne ^3He cryostat for millimetre bolometric photometry/ P. Palumbo, E. Aquilini, P. Cardoni, P. de Bernardis, A. De Ninno, L. Martinis, S. Masi and F. Scaramuzzi. // *Cryogenics*. 1994. V.34(12) p. 1001-1005
56. *Duband, L.* A rocket-borne ^3He refrigerator / Duband, L. Alsop, D., Lange, A., Kittel P. // *Adv. Cryo. Eng.* 1989.,V.35. Part B, 1447-1456
57. *Duband, L.* A space-borne ^3He refrigerator / Duband, L., Hui, L., Lange, A.E. // *Cryogenics*. 1990. Volume 30. Issue 3. p. 263-270
58. *Duband, L.* Flight performance of a rocket-borne ^3He refrigerator / Duband, L., Alsop, D., Lange, A.E., Hayata, S., Matsumoto, T., Sato, S. // *Cryogenics*. 1991. Volume 31. Issue . p. 338-340
59. *Duband, L.* Herschel flight models sorption coolers / Duband, L. Clerc, E. Ercolani, L. Guillemet, R. Vallcorba // *Cryogenics*. 2008. Volume 48. Issues 3-4. p.95-105
60. *Duband, L.* A ^3He adsorption cooler associated with a 2.5 K mechanical cooler/ Duband, L. //Proceedings of the Sixth European Symposium on

- Space Environmental Control Systems, Noordwijk, The Netherlands, 20 – 22 May 1997 (ESSECS ESA SP-400 (8/1997), 503-506
61. *Freund, M.M.* Design and flight performance of a space-borne ^3He refrigerator for the Infrared Telescope in Space / Freund, M.M., Duband, L., Lange, A.E., Murakami, H., Hirao, T., Matsumoto, T. & Sato, S. // *Cryogenics*. 1998. Volume 38. Issue 4. p. 435-443
 62. *Devlin, M.J.* A high capacity completely closed-cycle 250mK ^3He refrigeration system based on pulse tube cooler / M.J.Devlin, S.R.Dicker, J.Klein, M.P.Supanich // *Cryogenics*. 2004. Volume 44. Issue 9. p.611-616
 63. *Herrmann F.*, A ^3He cryostat inserted into a refrigerator with an impulse tube / F. Herrmann , R. Herrmann , V.S. Edel'man// *Instruments and Experimental Techniques*. 2009, Vol. 52, Num. 5, p. 758 - 761
 64. *V. S. Edel'man*, A Dilution Microcryostat Cooled by a Refrigerator with an Impulse Tube / V. S. Edel'man, G. V. Yakopov // *Instruments and Experimental Techniques*, 2013, Vol. 56, No. 5, pp. 613–615.
 65. *Каржавин, В.А.*, Проточный оптический криостат / Каржавин В.А., Круз Л.С., Туфлин Ю.А., Демихов Е.И. // *Патент. РФ № 38384*
 66. *Behler, S.* Scanning tunneling microscope with continuous flow cryostat sample cooling / Stefan Behler Mark K. Rose, James C. Dunphy, D. Frank Ogletree, Miquel Salmeron, Claude Chapelier // *Rev. Sci. Instrum.* 1997, Vol. 68, p. 2479-2486
 67. *Stipe, B.C.* A variable-temperature scanning tunneling microscope capable of single-molecule vibrational spectroscopy / B.C. Stipe, M. A. Razaei, W. Ho // *Rev. Sci. Instrum.* 1999, Issue 70, p. 137-144 S
 68. *Caparrelli, E.* Vibration-free cryostat for low-noise applications of a pulse tube cryocooler / Caparrelli, E. Majorana, V. Moscatelli, E. Pascucci, M.

- Perciballi, P. Puppo, P. Rapagnani, F. Ricci //Rev. Sci. Instrum. 2006.Issue77, p.095-102S
69. *Tessmer, H.* Lyding Integrated cryogenic scanning tunneling microscopy and sample preparation system / H. Tessmer, D. J. Van Harlingen, J. W. // Rev. Sci. Instrum. 1994. Issue 65, p.2855-2890
70. *Smith, A. R.* New variable low-temperature scanning tunneling microscope for use in ultrahigh vacuum / A. R. Smith, C. K. Shih // Rev. Sci. Instrum. 1995. Issue 66, p.2499-2504
71. *Chapman, C. R.* Cryogen-free cryostat for neutron scattering sample environment / Chapman, C. R., Evans, B. E., Dudman, M. P., Keeping, J., Down, R. B. E., Kirichek, O., Bowden, Z. A. // Cryogenics, 2011, Volume 51, Issue 3, p. 146-149
72. *Besedin, A.P.* Diamond anvil cells for neutron diffraction. High Pressure Research. / Besedin A.P., Makarenko I.N., Stishov S.M., Glazkov V.P., Goncharenko I.N., Somenkov V.A. // 1995. V.14. (1-3). p.193
73. *Глазков, В.П.* Магнитный фазовый переход в Zn-феррите при высоких давлениях / Глазков В.П., Соменков В.А., Чукалкин Ю.Г. // VII Национальная конференция «Рентгеновское, Синхротронное излучения, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-Био-Инфо-Когнитивные технологии» РСНЭ-НБИК 2009. Тезисы докладов, 2009 г. с.316