

ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 536.581.3

МИКРОКРИОСТАТ РАСТВОРЕНИЯ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

© 2012 г. В. С. Эдельман

Институт физических проблем им. П.Л. Капицы РАН

Россия, 117334, Москва, ул. Косыгина, 2

E-mail: edelman@kapitza.ras.ru

Поступила в редакцию 22.08.2011 г.

Описан микрокриостат растворения, основанный на технологии сорбционной откачки ^3He и ^4He и конденсационной откачке смеси $^3\text{He} + ^4\text{He}$ в цикле растворения. Непрерывное поддержание низкой температуры порядка 0.1 К в процессе регенерации сорбера осуществляется благодаря большой теплоемкости блока криостата, в котором происходит конденсация циркулирующего гелия. Криостат выполнен в виде вставки в промышленный 35 л транспортный дюарап для жидкого гелия. Холодный держатель образцов расположен в верхней части прибора, что облегчает доступ к нему. Полного объема жидкого гелия хватает на 6–7 суток работы, включая расход ^4He на предварительное охлаждение прибора от азотной температуры. В течение этого времени может поддерживаться низкая температура держателя образцов с точностью порядка миллицильвина. Прибор работает под управлением компьютера.

ВВЕДЕНИЕ

В работе [1] описаны рефрижераторные блоки двух криостатов растворения, выполненных в виде вставки в промышленный транспортный безазотный криостат для жидкого гелия. Циркуляция ^3He в обоих приборах осуществляется путем его откачки конденсацией на стенке с температурой 0.35–0.5 K, охлаждаемой сорбционной откачкой ^3He из отдельной ванны. Один из приборов – периодического действия. Температура ниже 0.1 K поддерживается в нем несколько часов, после чего требуется регенерация сорбционного насоса, занимающая ~0.5 ч. В другом приборе введена дополнительная ванна с жидким ^3He , обеспечивающая благодаря большой теплоемкости жидкости поддержание циркуляции во время регенерации сорбционного насоса. Приборы работают при циркуляции в пределах ~2–10 мкмоль/с.

На основе блока периодического действия изготовлен автономный микрокриостат растворения [2], в котором держатель образцов расположен в верхней части прибора, что облегчает доступ к нему. Держатель связан с миксером теплопроводом из отожженной меди и окружен радиационными экранами с температурами 0.4, 4.2 и ~100 K, в верхних крышках которых и в теплой крышке прибора устанавливаются окна, поглощающие тепловое излучение и с малым ослаблением пропускающие измеряемое излучение. В настоящее время этот прибор используется для изучения детекторов терагерцового диапазона [3].

Однако существует много задач, требующих длительного поддержания образцов (детекторов) при низкой рабочей температуре, например при астрономических наблюдениях. Ниже описан ав-

тономный микрокриостат растворения непрерывного действия, работа которого основана на предложенной в статье [1] идеи использования вещества с большой теплоемкостью для поддержания циркуляции ^3He в цикле растворения во время регенерации сорбционного насоса, откачивающего ^3He . При разработке и изготовлении криостата использованы конструктивные решения, изложенные в работе [2].

КОНСТРУКЦИЯ МИКРОКРИОСТАТА

Конструктивно прибор имеет много общего с микрокриостатами [1, 2], что позволяет описать его в общих чертах без особой детализации. Его упрощенная схема, на которой показано взаимное расположение основных узлов, представлена на рис. 1. Микрокриостат содержит следующие функциональные узлы, расположенные в общем вакуумном объеме:

– Узел ^4He , включающий в себя градусную камеру и объем конденсации ^3He , составляющие единый блок, и сорбционный насос, откачивающий пары гелия. В отличие от криостата [2], сорбер ^4He (а также и сорбер ^3He) расположен над ванной ^4He и обеими ваннами ^3He . Теплосъем с сорбера на жидкий гелий в транспортном дюарапе осуществляется по медным теплопроводам. Сам сорбер из нержавеющей стали с намотанным на него нагревателем размещен в герметичном медном контейнере. В тракт откачки из трубы нержавеющей стали впаяна медная трубка длиной ~5 см, в свою очередь, пропаянная через крышку контейнера. В этой трубке происходит конденсация ^4He , стекающего в градусную камеру. Для

управления теплообменом между сорбёром и стенками контейнера, что необходимо при переходе от режима десорбции ^4He к его откачке, служит тепловой ключ, при нагреве/охлаждении которого десорбируется/сорбируется теплообменный газ – ^3He .

– Верхний узел ^3He , содержащий ванну ^3He и впаянный в неё конденсатор паров ^3He , обслуживающий нижнюю ванну ^3He . Ванна ^3He охлаждается откачкой паров жидкого ^3He своим сорбционным насосом, аналогичным насосу ^4He . При регенерации насоса ванна заполняется ^3He , ожигаемым при контакте с градусной камерой.

– Нижний узел ^3He , содержащий расположенную под первой второй ванну ^3He , соединенную трубкой из нержавеющей стали с конденсатором паров ^3He верхнего контура. Оба контура герметичны относительно друг друга. Если температура верхней ванны ниже температуры нижней, между ними устанавливается хороший тепловой контакт, в противном случае тепловая связь значительно ослаблена.

– Узел растворения, содержащий ванну растворения (миксер), теплообменник, испаритель и конденсатор паров смеси ^3He и ^4He . Конденсатор заполнен пластинами гольмия, имеющего большую теплоемкость при температуре ниже 1 К [4]. При массе гольмия ~50 г его теплоемкость при 0.4 К равна ~2 Дж/К. Это позволило отказаться от использования большого количества ^3He для поддержания рабочих условий при регенерации ^3He в верхнем контуре, как это предлагалось в [1], и ограничиться весьма скромным количеством ^3He , всего 0.015 моль в нижнем контуре для организации тепловой связи. Контур растворения размещен выше сорбционных насосов, и входящий в него конденсатор связан с нижней ванной ^3He медным теплопроводом. Перепад температур между верхней ванной ^3He и конденсатором при температуре 0.4 К составляет примерно 0.02 К/100 мкВт.

Держатель образцов, как и в приборе [2], расположен в верхней части прибора и связан с миксером медным теплопроводом, припаянным медно-серебряным припоем к миксеру и к держателю. Благодаря отсутствию сверхпроводников в линии переноса тепла перепад температур по сравнению с [2] на порядок ниже и составляет примерно 2 мК/мкВт при температуре 0.1 К.

Как и в приборе [2], держатель образцов окружен тремя тепловыми экранами: экраном, связанным с испарителем, имеющим температуру 0.6–0.7 К, и экранами с температурами 4.2 К и ~100 К. Увеличение температуры внутреннего экрана от 0.4 К (в приборе [2]) до температуры испарителя практически не сказывается на теплопритоке от этого экрана к держателю, который остается на пренебрежимо низком уровне. Однако это позволило практически полностью использовать тепловой поток от уровня 4.2 К по элементам крепления как добавку к мощности,

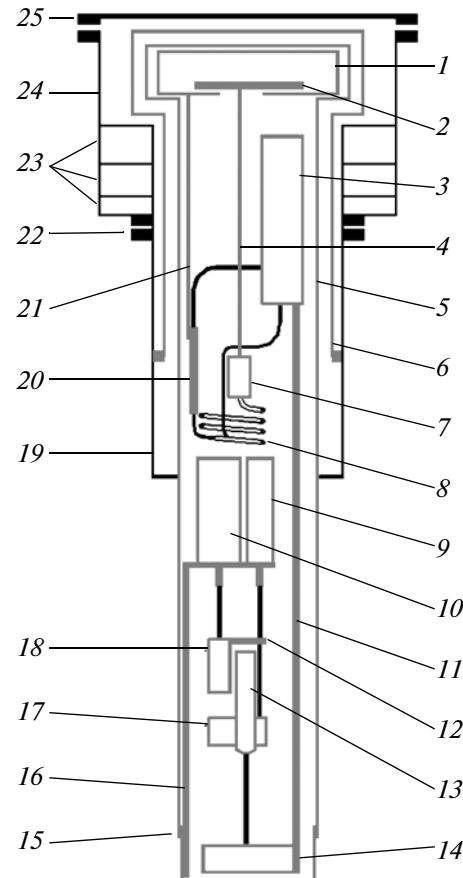


Рис. 1. Упрощенная схема микрокриостата, показывающая расположение основных узлов. 1, 5, 6 – экраны 0.6, 4.2 и 100 К соответственно; 2 – платформа 0.06–0.1 К; 3 – конденсатор паров смеси, заполненный гольмием; 4, 11, 16, 21 – медные теплопроводы 0.1, 0.4, 4.2, 0.6 К соответственно; 7 – миксер; 8 – трубчатый теплообменник; 9 – сорбёр ^3He ; 10 – сорбёр ^4He ; 12 – конденсатор ^3He , поступающего в верхнюю ванну; 13 – конденсатор ^3He нижнего контура; 14 – нижняя ванна ^3He ; 15 – места вакуумно-плотной пайки экрана 5; 17 – верхняя ванна ^3He ; 18 – ванна ^4He (градусная камера); 19 – наружная труба из нержавеющей стали Ø56 мм; 20 – испаритель; 22 – фланец наружной трубы; 23 – емкости для сбора рабочих газов, хранящихся в них под давлением 25–50 атм при комнатной температуре прибора; 24 – корпус; 25 – съемная крышка. Черным цветом выделены трубы и детали из нержавеющей стали, серым – детали из меди.

задающей циркуляцию ^3He , и снизить теплоприток непосредственно к конденсору и нижней ванне ^3He до 1–2 мкВт.

РАБОТА МИКРОКРИОСТАТА

Как и приборы, описанные в работах [1, 2], микрокриостат работает при его погружении в жидкий гелий, которым заполнен 35 л транспортный криостат с проходом Ø58 мм производства

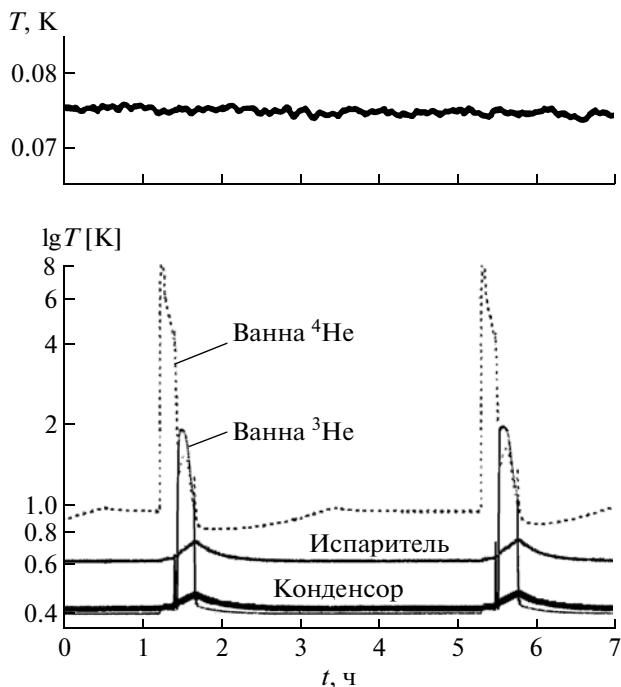


Рис. 2. Зависимости от времени температур: вверху — миксера, внизу — ванны ^4He , верхней ванны ^3He , испарителя и конденсора паров смеси.

«Гелиймаш» (Россия). Полная высота этого криостата вместе со вставкой — 1 м.

Большинство узлов прибора аналогичны узлам криостата [2]. Поэтому и их поведение в режиме предварительного охлаждения с использованием электромагнитных ключей, заполнение рабочими газами, их хранение при отогреве вставки и первое охлаждение миксера до низкой температуры мало чем различаются. Правда, чтобы охладить конденсор, имеющий большую теплоемкость, до рабочей температуры, требуется дополнительный цикл регенерации ^4He и ^3He . К тому же из-за перепада температур между верхней ванной ^3He и конденсором, обусловленного рассеянием мощности в испарителе, при температуре миксера ниже 0.1 К при циркуляции $>4-5 \text{ мкмоль/с}$ испаритель нагревается выше 0.8 К, и эффективность охлаждения падает.

Работу остывшего прибора при регенерации ^3He демонстрируют графики, представленные на рис. 2. За время эксперимента, проводившегося под управлением компьютера, дважды — в моменты времени 1 ч 15 мин и 5 ч 15 мин — включался нагрев сорбера ^4He и происходила конденсация ^4He в градусной камере. Во время этого процесса из-за увеличения теплопритока к верхней ванне ^3He она незначительно, примерно на 0.02 К, нагревалась, при этом температура конденсора почти не изменялась. Затем сорбер охлаждался и начиналась откачка паров ^4He . После охлаждения

жидкости ниже 2 К включался нагрев сорбера ^3He и верхняя ванна нагревалась примерно до 2 К. К концу процесса десорбции ^3He остыпал до ~1 К, после чего включалась откачка ^3He и его температура возвращалась на уровень до начала процесса регенерации сорбера. За время десорбции и охлаждения ^3He конденсор отогревался всего на 0.04–0.05 К, а испаритель — на ~0.1 К. При этом эффективность цикла растворения оставалась практически неизменной и температура держателя образцов сохранялась на постоянном уровне с точностью до шумов термометра ~1 мК (использовался термометр Lakeshore).

Практически полное совпадение зависимостей температур от времени для обоих циклов регенерации показывает, что прибор может устойчиво работать длительное время с постоянной температурой держателя образцов. Был проведен успешный эксперимент по поддержанию постоянной низкой температуры в течение 3 суток, при этом под управлением компьютера было осуществлено около 20 циклов десорбции с периодом примерно 4 ч.

Ниже представлены результаты измерения установившейся температуры миксера $T_{\text{микс}}$ в зависимости от мощности $P_{\text{микс}}$, подводимой к нему от нагревателя, для двух значений мощности нагрева испарителя $P_{\text{исп}} = 75$ и 175 мкВт:

$P_{\text{исп}}, \text{мкВт}$	75	75	75	75	175
$P_{\text{микс}}, \text{мкВт}$	0	1	2	4	4
$T_{\text{микс}}, \text{К}$	0.075	0.14	0.16	0.21	0.13

$P_{\text{исп}}$ определялась как мощность, рассеиваемая в нагревателе, плюс теплоприток к испарителю по элементам крепления и сверхтекущей жидкости в капилляре заполнения. Последний оценен по скорости нагрева конденсора во время регенерации при выключенном нагревателе испарителя и примерно равных температурах верхней и нижней ванн ^3He . Он оказался равным $25 \pm 5 \text{ мкВт}$.

Время установления температуры при ее изменении от 0.075 до 0.14 ± 0.001 К и мощности, подводимой к миксеру, 1 мкВт, составляет порядка 1.5 ч. Очевидно, при введении обратной связи это время можно снизить в десятки раз, управляя мощностью, подводимой к миксеру.

Для поддержания работы криостата растворения в процессе регенерации сорбера ^4He и ^3He к нему подводится мощность 1.08 и 0.3 Вт соответственно. Большая ее часть, примерно 70–80%, идет на собственно регенерацию, и эта доля тепла передается на жидкий гелий в криостате в течение последующей сорбции при откачке соответствующих ванн, остальная — на нагрев газов и самих сорбера. Общий подвод тепла за сутки (при периоде регенерации 4 ч) составляет 4300 Дж, что приводит к испарению 1.7 л жидкого гелия из

транспортного дюара емкостью 35 л. Реально жидкый гелий в дюаре заканчивается за 6–7 дней, т.е. за сутки испаряется значительно больше – примерно 5 л жидкого гелия. Можно надеяться, что оптимизацией конструкции – подбором по высоте места контакта 100 К экрана с внешней трубой из нержавеющей стали, использованием трубы с меньшей толщиной стенки, установкой еще одного промежуточного экрана для снижения радиационной нагрузки на экран при гелиевой температуре и т.д. – удастся существенно снизить тепловые потери и увеличить время непрерывной работы прибора. Тривиальный путь увеличения продолжительности непрерывной работы – использование транспортного криостата большего объема (конечно, при этом вырастут габариты и масса установки).

Отметим также, что при использовании криостата для астрофизических измерений он должен располагаться высоко над уровнем моря при меньшем атмосферном давлении. В этом случае потери тепла на десорбцию ^4He могут быть значительно уменьшены как из-за того, что десорбцию

можно будет заканчивать при пониженной температуре, так и из-за меньшего количества жидкого ^4He , необходимого для охлаждения того же количества ^3He , благодаря меньшим потерям на его самоохлаждение при более низкой стартовой температуре и более низкой исходной температуре охлаждаемого газа.

Автор благодарен R. Herrmann, F. Herrmann и И.Н. Хлюстикову за участие в работе на ее начальной стадии, А.Б. Ермакову за создание программы мониторинга и управления криостатом, В.Е. Трофимову за качественное изготовление узлов криостата. Работа частично поддержана грантом РФФИ 11-02-12145 офи-м-2011.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Эдельман В.С. // ПТЭ. 2009. № 2. С. 159.
2. Herrmann R., Офицеров А.В., Хлюстиков И.Н., Эдельман В.С. // ПТЭ. 2005. № 5. С. 142.
3. Тарасов М.А., Кузьмин Л., Эдельман В.С. и др. // Письма в ЖЭТФ. 2010. Т. 92. Вып. 6. С. 460.
4. Lounasmaa O.V. // Phys. Rev. 1962. V. 128. № 3. P. 1136.