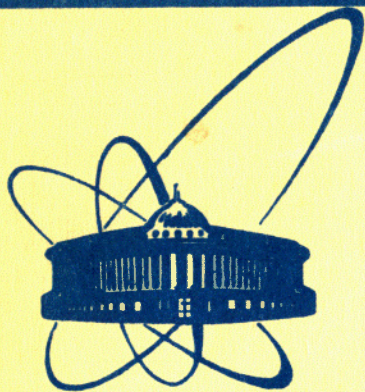


772-84



сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

8-84-772

В.Бенда, Б.С.Неганов

РЕФРИЖЕРАТОР РАСТВОРЕНИЯ
 ^3He - ^4He СРЕДНЕЙ МОЩНОСТИ

1984

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для получения температур до 0,002K широкое применение получили рефрижераторы растворения ${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$. Цель данной работы заключалась в создании более надежно работающего рефрижератора растворения на базе порошкового непрерывного теплообменника новой конструкции^{/1/}, имеющего минимальное число технологических спаев, приводящих со временем, как правило, к ухудшению герметичности конструкции. Разработанный рефрижератор наряду с довольно низкой предельной температурой имеет весьма высокую холодопроизводительность, удобен и надежен в работе и может служить прототипом при разработке варианта конструкции, пригодной для серийного производства. Авторы надеются также, что описание некоторых узлов и деталей данной конструкции может быть полезно тем, кто вынужден обходиться собственными силами.

1. КОНСТРУКЦИЯ РЕФРИЖЕРАТОРА РАСТВОРЕНИЯ

Общая схема разработанного рефрижератора представлена на рис.1. Для рефрижератора растворения использован стандартный гелиевый криостат "НК-200"/1/ производства фирмы "FEROX" /ЧССР/.

Основные размеры криостата: внешний диаметр 300 мм, внутренний диаметр 200 мм, общая высота 1340 мм, объем азотного сосуда 15 л, полезный объем гелиевого сосуда 15 л. В криостате размещается рефрижератор растворения, который состоит из ступени растворения /3/ и тракта откачки /2/.

1.1. Ступень растворения

Устройство ступени растворения изображено на рис.2, ее фотография - на рис.3. Концентрированная фаза /в дальнейшем ${}^3\text{He}$ /, поступающая в рефрижератор растворения, охлаждается сначала парами ${}^4\text{He}$ в теплообменниках /7/, /8/ и /9/. В конденсаторе /10/, расположенном на дне камеры конденсатора /11/, ${}^3\text{He}$ конденсируется при температуре ~1,5 K под давлением 30÷300 Тор, которое обеспечивает основной дроссель /12/ при рабочих скоростях циркуляции ${}^3\text{He}$. Жидкий ${}^3\text{He}$ поступает через основной дроссель в теплообменник /13/, находящийся на дне испарителя /14/. Далее ${}^3\text{He}$ поступает через вспомогательный дроссель /15/ в пред-

варительный теплообменник /16/, основной теплообменник /17/ и входит в камеру растворения /18/. Под действием перепада осмотического давления, возникающего при удалении ^3He из испарителя, ^3He диффундирует вдоль каналов теплообменников /17/ и /16/, заполненных раствором, в испаритель /14/, охлаждая встречный поток ^3He .

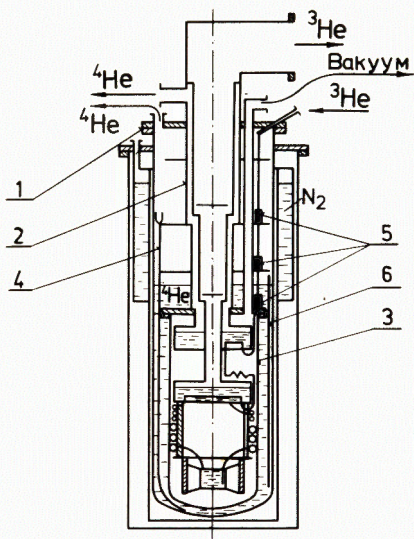


Рис. 1

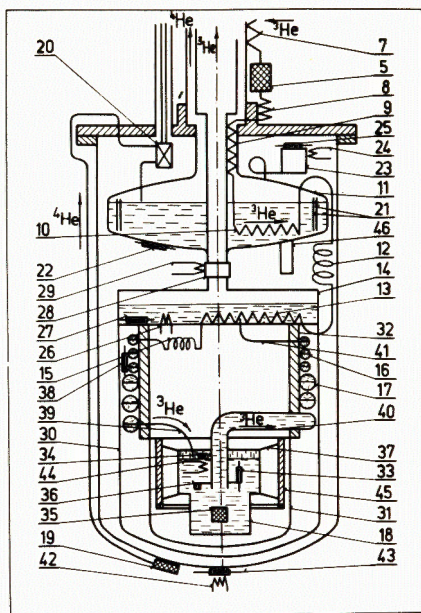


Рис. 2

Ступень растворения охлаждается от комнатной температуры до 4,2 К с помощью теплообменного газа (^3He), который после охлаждения поглощается сорбционным насосом /23/, присоединенным через тепловое сопротивление к корпусу камеры конденсатора. Максимальная мощность нагревателя насоса /24/ 0,5 Вт, его температура измеряется термометром Allen-Bradley 57 Ом /25/. Медные электроводы для уменьшения теплопритока к низкотемпературной части ступени растворения намотаны на медный стержень /46/, привинченный к камере конденсатора, и заклеены эмалью "С.Е.7031" /2/.

1.2. Камера конденсатора

Камера конденсатора /11/ представляет собой медный цилиндрический сосуд диаметром 150 мм и высотой 40 мм. ^4He поступает в камеру непрерывно из гелиевого криостата через фильтр /19/. Скорость поступления ^4He регулируется игольчатым вентилем /20/. Для контроля уровня жидкости в камере служит емкостный уровне-

варительный теплообменник /16/, основной теплообменник /17/ и входит в камеру растворения /18/. Под действием перепада осмотического давления, возникающего при удалении ^3He из испарителя, ^3He диффундирует вдоль каналов теплообменников /17/ и /16/, заполненных раствором, в испаритель /14/, охлаждая встречный поток ^3He .

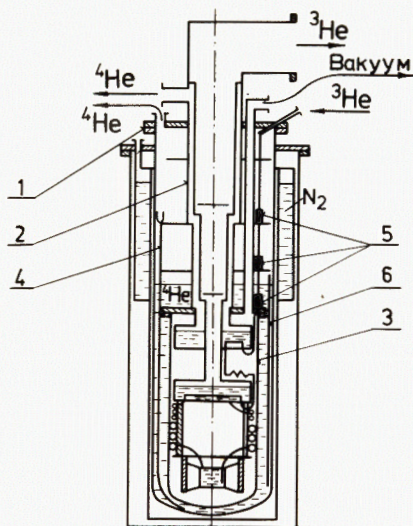


Рис.1

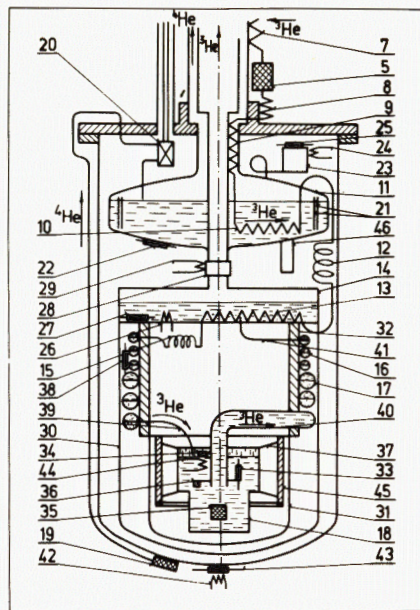


Рис.2

Ступень растворения охлаждается от комнатной температуры до 4,2 К с помощью теплообменного газа (^3He), который после охлаждения поглощается сорбционным насосом /23/, присоединенным через тепловое сопротивление к корпусу камеры конденсатора. Максимальная мощность нагревателя насоса /24/ 0,5 Вт, его температура измеряется термометром Allen-Bradley 57 Ом /25/. Медные электроводы для уменьшения теплопритока к низкотемпературной части ступени растворения намотаны на медный стержень /46/, привинченный к камере конденсатора, и заклеены эмалью "С.Е.7031" /2/.

1.2. Камера конденсатора

Камера конденсатора /11/ представляет собой медный цилиндрический сосуд диаметром 150 мм и высотой 40 мм. ^4He поступает в камеру непрерывно из гелиевого криостата через фильтр /19/. Скорость поступления ^4He регулируется игольчатым вентилем /20/. Для контроля уровня жидкости в камере служит емкостный уровне-

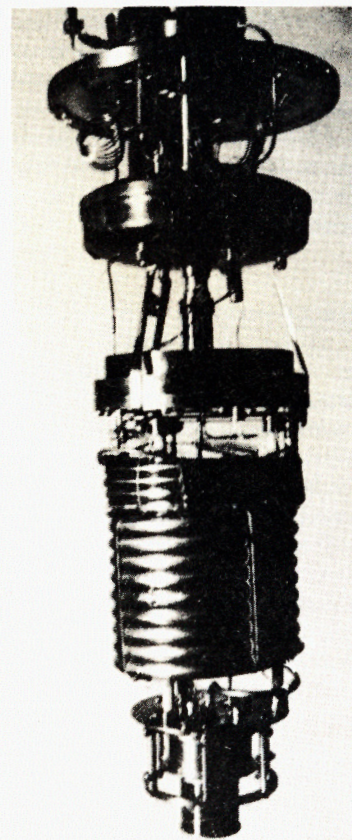


Рис.3

/ø0,08 мм/, покрытые мягким припоем и изолированные эмалью "С.Е.7031".

К испарителю прикреплен медный экран /30/. Испаритель соединен с держателем камеры растворения /45/ тремя стержнями из стеклянных волокон /32/, на которых также укреплены теплообменники /16/ и /17/.

1.4. Камера растворения

Камера растворения объемом 60 см³ в форме цилиндрического сосуда изготовлена из латуни. Внутри камеры помещен нагреватель /44/ с максимальной мощностью 0,005 Вт и следующие термометры: угольные резисторы /33а/ - Speer-Carbon 100 Ом, Matsushita 112 Ом, германиевые термометры /33б/ 4; 0,4 Ом, кадмиевый термометр со сверхпроводящим переходом /34/, ЦМН-термометр /35/ /4/

мер /21/. На наружной стенке камеры расположен термометр Allen-Bradley 57 Ом /22/ и сорбционный насос. Откачка ^4He производится механическим насосом ВН-3 59л/с. Давление в камере измеряется ртутным манометром. Рабочая температура камеры изменяется в пределах 1,1-1,5К в зависимости от скорости циркуляции ^3He .

1.3. Испаритель

Испаритель /14/ представляет собой медный цилиндрический сосуд диаметром 140 мм и высотой 40 мм. На дне располагается теплообменник /13/, нагреватель /26/, обеспечивающий нужную циркуляцию ^3He /максимальная выделяемая мощность 0,12 Вт/, и термометр Speer-Carbon 12 Ом /27/. Для уменьшения доли ^4He в циркулирующем ^3He в верхней части испарителя расположена ловушка сверхтекучей пленки /28/ с нагревателем /29/ /3/. Максимальная выделяемая мощность нагревателя 0,04 Вт. Электроводы имеют тепловой контакт на испарителе 0,6-0,7К, такой же, как и на камере конденсатора, и припаяны к разъемам. К камере растворения подведены константановые провода

и ядерный ориентационный термометр ^{60}Co /36/ ¹⁵. Ядерный термометр припаян к подложке из спеченного серебряного порошка с площадью $\sim 1 \text{ м}^2$, чем обеспечивается хорошая тепловая связь термометра с раствором. Камера растворения подвешена на капроновых нитях /37/ и экранирована медным экраном /31/, имеющим тепловой контакт в точке соединения теплообменников /16/ и /17/ при температуре $\sim 0,1 \text{ К}$, измеряемой термометром Speer-Carbon 100 Ом /38/ для контроля температуры охлаждаемого ^3He .

1.5. Предварительный и основной теплообменники

Оба теплообменника имеют конструкцию типа труба в трубе. Зазор между трубками используется для охлаждения потока ^3He ; внутренняя трубка заполняется охлаждающим раствором. Длина вспомогательного теплообменника $\sim 1,6 \text{ м}$, основного - $3,5 \text{ м}$. Внешние трубки изготовлены из нержавеющей стали с толщиной стенки $0,2 \text{ мм}$, внутренние - из мельхиора толщиной $0,3 \text{ мм}$. Внешние диаметры трубок предварительного теплообменника 8 и 6 мм , основного - 10 и 7 мм . Теплообменники свернуты в спираль диаметром 130 мм . Для увеличения рабочей поверхности теплообмена внутренние трубки обоих теплообменников облицованы с обеих сторон слоями из сферического медного порошка со средним размером зерна $\sim 30 \text{ мкм}$. Общая теплопередающая поверхность теплообменников около 20 м^2 . Толщина напеченных слоев предварительного теплообменника $\sim 0,2 \text{ мм}$. Слои порошка наносились на поверхность трубки, предварительно покрытой тонкой пленкой масла, в три приема с выдержкой между нанесением около 30 мин . В течение этого времени масло диффундирует на внешнюю поверхность нанесенного слоя и, способно "адсорбировать" следующий слой порошка. Затем производилась сварка в вертикальном положении в трубчатой печи при температуре около 850°C в течение 3 ч .

Толщина слоев из медного порошка основного теплообменника составляла $\sim 1 \text{ мм}$. Для уменьшения осевой теплопроводности оба слоя выполнены в виде совмещенной винтовой линии шириной 6 мм и шагом 8 мм . Для этой цели на поверхности мельхиоровой трубки выдавливалась винтовая канавка диаметром $\sim 2 \text{ мм}$, на которой затем плотно навивалась алюминиевая проволока диаметром $\sim 2 \text{ мм}$. Тщательно очищенная заготовка вставлялась в чистую алюминиевую трубку с зазором $\sim 0,1 \text{ мм}$. Другая алюминиевая трубка вставлялась с таким же зазором внутрь. На поверхности обеих трубок вдоль образующей высверлен ряд отверстий диаметром $0,8 \text{ мм}$ с шагом 20 мм . Затем производилась засыпка порошка и его уплотнение вибратором, сворачивание в спираль нужного размера и предварительное спекание при температуре около 530°C в течение 3 ч в вакуумной печи с последующей выдержкой при этой же температуре в атмосфере водорода. После растворения алюминия в горячей щелочи и тщательной промывки горячей водой производилось

окончательное спекание при температуре 850°C . Готовое изделие вставлялось с помощью вибратора во внешнюю нержавеющую трубку, свернутую в спираль, и концы их запаивались твердым припоем через медные втулки. Следует отметить, что описанная технология пригодна только для спекания медного порошка, имеющего окисную пленку, связанную с применением воды при его производстве. Только такой порошок способен спекаться без внешнего давления при столь низкой температуре.

1.6. Размеры некоторых элементов рефрижератора растворения

Теплообменник /7/ состоит из двух трубок $\phi 4 \times 0,2 \text{ мм}$, длиной 4 м из нержавеющей стали, скрученных в двухшаговую винтовую линию с диаметром 120 мм . Теплообменник /8/ - это медная трубка $\phi 3 \times 0,5 \text{ мм}$, длина 2 м в виде винтовой линии, припаянная к вакуумному экрану ступени растворения. Теплообменник /9/ сделан из капилляра $\phi 2 \times 0,2 \text{ мм}$ длиной $1,5 \text{ м}$ из нержавеющей стали в виде винтовой линии с диаметром 25 мм . Конденсатор /10/ сделан из медной трубки $\phi 2 \times 0,3 \text{ мм}$ и длиной 2 м в виде спирали. Основной дроссель /12/ выполнен из нержавеющей стали /внутренний диаметр $0,2 \text{ мм}$, длина $0,8 \text{ м}$ /. Теплообменник /13/ сделан из медной трубки $\phi 2 \times 0,3 \text{ мм}$ длиной $1,5 \text{ м}$ в виде спирали.

Тракт откачки изготовлен из цельнотянутых труб из нержавеющей стали с толщиной стенки $0,3 \text{ мм}$. Откачка ^3He производится через центральную трубу, сваренную из отрезков длиной 180 , 280 и 500 мм с диаметрами 15 , 50 и 96 мм соответственно. ^4He откачивается из камеры конденсатора через кольцевой зазор, образованный трубой откачки ^3He и внешней трубой, сваренной из отрезков длиной 70 , 280 и 430 мм с диаметрами 25 , 60 и 116 мм соответственно. Для снижения расхода ^4He из криостата к тракту откачки припаяны плоские медные экраны, пространство между которыми заполнено пенопластовыми втулками.

2. ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ УСТАНОВКИ

Для удобства обслуживания в криостате установлен емкостный датчик уровня /6/. На дне криостата находится нагреватель /42/ мощностью 42 Вт с угольным термометром Allen-Bradley $220 \text{ Ом}/43/$. Для предотвращения блокирования дросселя твердым водородом в линии теплообменника /7/ расположены последовательно три угольные ловушки /5/, которые охлаждаются в выходящих парах ^4He .

Электропроводы в виде медных проволок диаметром $0,1 \text{ мм}$ в количестве 36 штук подведены к фторопластовому разъему; отсюда через вакуумные низкотемпературные разъемы в количестве 24 штук - к ступени растворения. В качестве низкотемпературных электриче-

ских разъемов, которые также расположены на всех камерах ступени растворения, были с успехом использованы заготовки цоколей линейных микросхем.

Заливка жидкого ^4He в криостат производится сифоном через трубку из нержавеющей стали $\phi 5 \times 0,2$ мм /4/. Эта трубка на верхнем конце снабжена воронкой и сепаратором жидкость-пар и позволяет в начале работы, после охлаждения жидким азотом ступени растворения, удалить его из криостата. Кроме моста сопротивлений S72A, вся измерительная аппаратура питается от аккумулятора с напряжением 12 В. Внешние электрические вводы экранированы. Для измерения восприимчивости ЦМН применяется баллистический гальванометр M21/2¹⁸/. При измерении асимметрии ^{60}Co использовалась аппаратура, приведенная в ¹⁷/. Вакуумные линии, насосы и вакуумные измерительные приборы установки описаны в ¹⁸/.

3. ОСНОВНЫЕ РАБОЧИЕ ПАРАМЕТРЫ РЕФРИЖЕРАТОРА РАСТВОРЕНИЯ

Холодопроизводительность рефрижератора растворения в зависимости от температуры при скорости циркуляции ^3He $\dot{n}_3 = 0,8 \cdot 10^{-3}$ моль/с показана на рис.4. Пунктирной кривой показана теоретическая зависимость, рассчитанная по формуле ¹⁰/

$q = \dot{n}_3 \left(\alpha - \frac{1}{2} \beta \right) (T_2^2 - T_M^2)$, где T_M - температура раствора при $q = 0$, q - полезная холодопроизводительность, $\alpha = 107$ Дж/моль·К² - постоянная пропорциональности энтальпии, $\beta = 24$ Дж/моль·К² - постоянная пропорциональности энтальпии, T_2 - температура раствора при нагреве q .

Некоторое расхождение связано, по-видимому, с тем, что скорость циркуляции непосредственно не измерялась, а оценивалась по паспортной характеристике насоса ВН-1МГ. Не определялось и не учитывалось также содержание ^4He в потоке ^3He .

Система откачки обеспечивает максимальную скорость циркуляции ^3He $\dot{n}_3 = 2 \cdot 10^{-3}$ моль/с. Предельная температура в непрерывном режиме при скорости циркуляции $\dot{n}_3 = 0,3 \cdot 10^{-3}$ моль/с была 5,9 мК. Зависимость минимальной температуры от циркуляции показана на рис.5. Эти значения температуры были измерены термометром ЦМН, калиброванным с помощью критической точки перехода кадмия /0,520 К/, а в диапазоне температур $0,035 \pm 0,015$ К - ядерным термометром ^{60}Co .

Для грубой оценки предельной температуры потока ^3He , без учета вязкостного нагрева и нагрева за счет теплопроводности ^3He и раствора ^3He - ^4He , можно использовать выражение ¹⁹/:

$$T = 2 \cdot \sqrt{\frac{\beta \cdot RT^3 \cdot \dot{n}_3}{\sigma/2}}$$

где T - температура ^3He на холодном конце теплообменника /К/, RT^3 - удельное сопротивление Капицы /для меди $RT^3 = 0,02 \text{ К}^4 \text{ м}^2 / \text{Вт}$ / \dot{n}_3 - скорость циркуляции ^3He (моль/с), σ - общая площадь теплообмена /м²/. Для ранее оцененной площади теплообменника / $\sigma = 20 \text{ м}^2$ / и скорости циркуляции $\dot{n}_3 = 3 \cdot 10^{-4}$ моль/с получаем $T = 8$ мК. При использовании соответствия $T_M = 0,36 T / T_M$ - минимальная температура камеры растворения / для предельной температуры камеры растворения без учета паразитных притоков тепла получается оценочное значение $T = 3$ мК, что довольно близко к реальному значению T_M . Из приведенной оценки следует, что эффективная поверхность теплообменника близка к расчетной и тепловой, контакт между порошковыми спиральными лентами удовлетворителен. Единственным недостатком теплообменника является, по-видимому, лишь его довольно большой объем, требующий для устойчивой работы ступени растворения соответственно и большого объема камеры растворения. Однако из чрезмерно мелкого порошка вряд ли может быть изготовлен теплообменник данной конструкции.

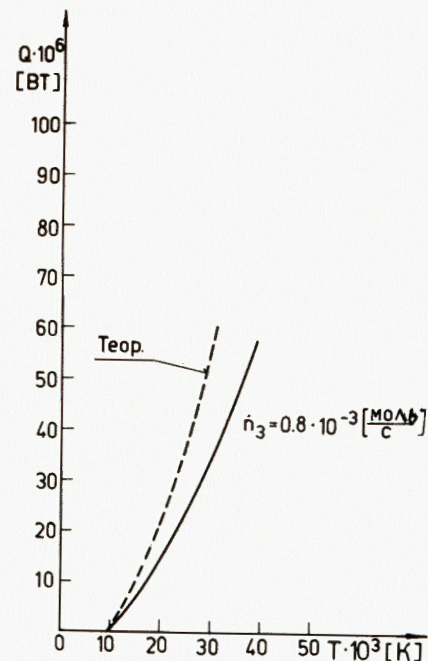


Рис.4

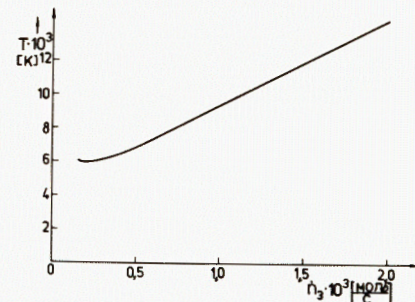
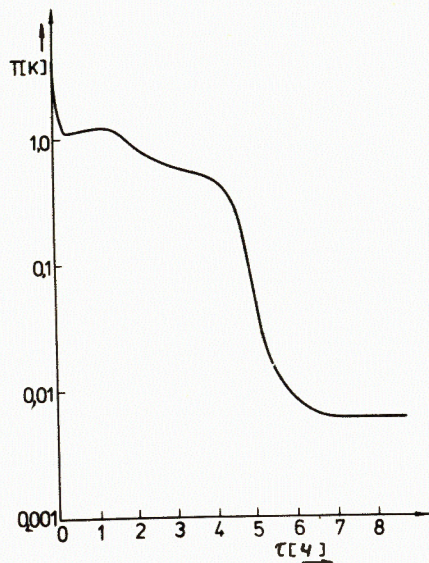


Рис.5

Для нормальной работы рефрижератора растворения требуется около 60 л ^3He . Расход жидкого гелия 13 л в сутки, жидкого азота - 15 л в сутки. Скорость охлаждения рефрижератора растворения показана на рис.6.

Рефрижератор растворения использовался для калибровки термометров, измерения сопротивления Капицы на подложке из мелкого серебряного порошка с диаметром зерна 70 нм, исследования разных узлов рефрижератора и т.п. Во время измерений /около 500 ч/ рефрижератор работал надежно и устойчиво.



Авторы благодарят А.О.Орлова, И.З.Крахтинова и Р.Л.Хамидулина за помощь при создании установки. В заключение авторы пользуются случаем выразить свою благодарность Й.Оту /ЧССР/ за полезные дискуссии.

Рис.6

ЛИТЕРАТУРА

1. Неганов Б.С. Авторское свид. СССР №926505 от 7.V.1982 г. Открытия и изобретения, 1982, №17, с.201.
2. Вепшек Я. Измерения низких температур электрическими методами. "Энергия", М., 1980.
3. Frossati G. J.de Phys., 1978, vol.39, p.С6-1578.
4. Hudson R.P. et al. Journ.of Low Temp.Phys., 1975, vol.20, p.4.
5. Soulen R.J.Jr., Marshak H. Cryogenics, 1980, vol.7, p.408.
6. Kolac M., Nedved J. UJV 2324.F, Rez-Praha, 1970.
7. Громова И.И. и др. Физический комплекс для исследований распада ориентированных ядер /установка "СПИН"/. Прикладная ядерная спектроскопия. Атомиздат, М., 1979, вып.9, с.3-13.
8. Pavlov V.N. et al. Cryogenics, 1978, 2, p.115.
9. Неганов Б.С. ОИЯИ, 8-81-193, Дубна, 1981.
10. Неганов Б.С. ОИЯИ, P13-4014, Дубна, 1968.

Рукопись поступила в издательский отдел
4 декабря 1984 года.

Бенда В., Неганов Б.С.

8-84-772

Рефрижератор растворения $^3\text{He}-^4\text{He}$ средней мощности

Описана конструкция рефрижератора растворения с предельной температурой 5,9 мК при скорости циркуляции ^3He $\dot{n}_3 = 3 \cdot 10^{-4}$ моль/с и с температурой 14 мК при максимальной скорости циркуляции $\dot{n}_3 = 2 \cdot 10^{-8}$ моль/с.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1984

Перевод О.С.Виноградовой

Benda V., Neganov B.S.

8-84-772

$^3\text{He}-^4\text{He}$ Dilution Refrigerator of Average Power

The construction of the $^3\text{He}-^4\text{He}$ dilution refrigerator is described. The 5.9 mK minimum temperature is achieved by the ^3He circulating rate $3 \cdot 10^{-4}$ mol/s and 14 mK by $2 \cdot 10^{-8}$ mol/s.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1984